

Plastisches Verformungsverhalten unterkühlter Aluminiumlegierungen im System Al-Mg-Si

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) der Fakultät für Maschinenbau
und Schiffstechnik der Universität Rostock

vorgelegt von Philipp Schumacher
geboren am 15.01.1988 in Schwerin

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler

Universität Rostock
Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik
Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr. rer. nat. habil. Christoph Schick

Universität Rostock
Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät
Institut für Physik | Arbeitsgruppe Polymerphysik

Abgabe: 24.04.2018, Verteidigung: 24.10.2018

*“Crystals are like people:
it is the defects in them which
tend to make them interesting!”*

Colin J. Humphreys

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik der Universität Rostock angefertigt. Ein Großteil der Arbeit entstand im Rahmen eines von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Projektes. Für die finanzielle Unterstützung danke ich der DFG.

Meinen persönlichen Dank möchte ich zuallererst Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler, Leiter des Lehrstuhls für Werkstofftechnik, für die Möglichkeit der Durchführung dieser Forschungsarbeit aussprechen. Nicht nur seine hervorragende fachliche und persönliche Betreuung haben zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Auch das in mich gesetzte Vertrauen und die damit verbundene wissenschaftliche Freiheit waren mir stets Motivation.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. Christoph Schick, Leiter der Arbeitsgruppe Polymerphysik am Institut für Physik der Universität Rostock, danke ich für seine allzeitige Bereitschaft, Fragestellungen bezüglich der thermischen Analyse zu diskutieren. Ebenso danke ich für die kritische Betrachtung erzielter Versuchsergebnisse und die daraus resultierenden, richtungsweisenden Impulse für Verbesserungen der Messqualität.

Ein ganz besonderer Dank gilt Dr.-Ing. Benjamin Milkereit, dem Laborleiter des Kompetenzzentrums °CALOR des Departments LL&M der Interdisziplinären Fakultät der Universität Rostock. Bereits während des Studiums hat er mich wissenschaftlich begleitet und mein Interesse an werkstoffwissenschaftlichen Zusammenhängen durch seine wertvollen Ideen und konstruktiven Anregungen geweckt. Für die Überlassung des Themas und die Betreuung des Forschungsvorhabens möchte ich mich bedanken. Zudem danke ich für die kritische Durchsicht der Arbeit sowie die hilfreichen Anmerkungen und Verbesserungsvorschläge.

Ein weiterer Dank geht an unseren Projektpartner Dr. rer. nat. habil. Volker Mohles vom Department of Scalebridging Thermodynamic and Kinetic Simulation am Interdisciplinary Centre for Advanced Materials Simulation (ICAMS) an der Ruhr-Universität Bochum. Die intensive Zusammenarbeit im Rahmen des Forschungsprojektes war der Grundstein für eine umfassende Interpretation von Einflussgrößen auf das Fließverhalten der Legierungen.

Für die fachliche Unterstützung, ihr Engagement zur Beteiligung am Forschungsprojekt und für die interessanten Diskussionen danke ich auch Prof. Marco Starink (Engineering and the Environment, University of Southampton), Assoz. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Stefan Pogatscher (Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie, Montanuniversität Leoben), Shravan Kumar Kairy, PhD und Paul Rometsch, PhD (Department of Materials Science and Engineering, Monash University), A/Prof. Matthew Weyland (Monash Centre for Electron Microscopy (MCEM)), Dr. rer. nat. Galyna Laptjeva und Simon Peter Miller-Jupp, PhD (Hydro Aluminium Rolled Products GmbH (Research & Development)) sowie den Mitarbeitern am Elektronenmikroskopischen Zentrum der Universität Rostock.

Herzlich danken möchte ich allen aktuellen und ehemaligen Kolleginnen und Kollegen am Lehrstuhl für Werkstofftechnik. Die konstruktive und angenehme Arbeitsatmosphäre habe ich stets als sehr wertvoll empfunden. Ein besonderer Dank gilt dabei meinem Kollegen Dr.-Ing. Michael Reich für seine stete freundschaftliche Hilfsbereitschaft in vielen fachlichen, organisatorischen und privaten Belangen. Auch Carola Ladewig und Kristin Aurich möchte ich einen besonderen Dank aussprechen, denn ohne ihre Unterstützung wäre die Erstellung der Dissertation in diesem Umfang und in dieser Qualität nicht möglich gewesen.

Für ihr Mitwirken an experimentellen Versuchen und deren wissenschaftlichen Auswertung danke ich außerdem den von mir betreuten Studenten und Hilfsassistenten. Den Mitarbeitern der Werkstatt, insbesondere Herrn Torsten Danckwardt, danke ich für die Bereitstellung zahlreicher Proben.

Von ganzem Herzen danke ich meiner Familie, besonders meinen Eltern, für ihre uneingeschränkte Unterstützung beim Verfolgen meiner Ziele und den immerwährenden Rückhalt, den sie mir auf meinem bisherigen Lebensweg gegeben haben.

Schließlich möchte ich meiner Frau Christina danken, die mir während meiner Promotionszeit stets liebevoll zur Seite stand und mich mit viel Geduld unterstützt hat.

Rostock, April 2018

Philipp Schumacher

Kurzfassung

Zur Optimierung der Herstellung von Bauteilen aus Aluminium-Knetlegierungen haben sich in der Industrie computergestützte Simulationen ganzer Prozessketten etabliert. Eine Voraussetzung der Prozessmodellierung sind physikalisch basierte Werkstoffmodelle, welche ablaufende Ver- und Entfestigungsvorgänge bei plastischer Verformung auf Basis der Mikrostrukturentwicklung beschreiben können. Da das Festigkeits- und Fließverhalten durch die Gesamtheit der mikrostrukturellen Gegebenheiten bestimmt wird, ergeben sich bei der Modellierung verschiedene Schwierigkeiten. Insbesondere die Interpretation experimenteller Daten, auf denen die Werkstoffmodelle basieren, ist herausfordernd, da wirkende Verfestigungsmechanismen oftmals nicht entkoppelt voneinander untersucht werden können. Auch die Charakterisierung des temperatur- und dehnratenabhängigen Fließverhaltens metastabiler Werkstoffzustände stellt eine große Herausforderung dar. Für eine grundlegende Modellierung des Fließverhaltens bedarf es Kenntnisse, die über den heutigen Stand der Technik hinausgehen.

Die vorliegende Arbeit soll dazu beitragen, bestehende Kenntnislücken zur Wirkweise der Hauptlegierungselemente in Al-Mg-Si-Knetlegierungen auf das Festigkeits- und Fließverhalten zu schließen. Dafür wurde eine Methodik entwickelt, die mechanische Werkstoffprüfungen an definierten, metastabilen Werkstoffzuständen unter variierenden Umformbedingungen ermöglicht. Um den Einfluss der Hauptlegierungselemente besser beurteilen zu können, erfolgten die experimentellen Untersuchungen an verschiedenen binären (Al-Mg, Al-Si) Modelllegierungen mit systematischer Variation der Legierungsgehalte und an einer ternären Al-Mg-Si-Legierung.

Da eine genaue Kenntnis der Mikrostruktur mechanisch geprüfter Werkstoffzustände von wesentlicher Bedeutung ist, wurden umfassende Untersuchungen zur Mikrostrukturentwicklung der Modelllegierungen durchgeführt. Neben thermischen Analysen mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) wurden Gefügeanalysen mittels Licht- und Elektronenmikroskopie sowie energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX/EDS) vorgenommen. Für die Bestimmung gelöster Fremdatomkonzentrationen im Al-Mischkristall wurden darüber hinaus Experimente mit Atomsondentomografie (APT) und elektrische Widerstandsmessungen durchgeführt.

Die Charakterisierung des Fließverhaltens erfolgte systematisch durch thermomechanische Analysen (TMA) an unterkühlten Werkstoffzuständen über einen weiten Temperatur- und Dehnratenbereich. Auf Grundlage der durch Mikrostrukturuntersuchungen gewonnenen Informationen wurden die relevanten Einflussgrößen interpretiert. Diese Vorgehensweise ermöglicht eine detaillierte Beschreibung des Fließverhaltens in Korrelation zur Mikrostruktur der Werkstoffe und zu den Umformbedingungen. Zugleich wurde eine umfangreiche experimentelle Datenbasis für eine Fließkurvenmodellierung von Al-Mg-Si-Legierungen geschaffen.

Abstract

Computer-aided simulations of entire process chains have become established in the industry to optimize the production of components made of wrought aluminium alloys. A requirement for process modelling are physically based material models, which can describe the course of hardening and softening processes during plastic deformation on the basis of microstructure development. Since the overall strength and flow characteristics are determined by the totality of microstructural features, various difficulties arise with regard to modelling. In particular, the interpretation of experimental data on which the material models are based is challenging. The difficulty lies in the experimental separation of effects caused by active strengthening mechanisms. Further, the characterisation of the temperature and strain-rate dependent flow behaviour of metastable material states is a major challenge. For a fundamental work hardening model, information that goes beyond the current state of knowledge is required.

The present work wants to contribute to close existing knowledge gaps on the influence of the main alloying elements in Al-Mg-Si wrought alloys on the materials strength and flow behaviour. For this purpose, a methodology has been developed that enables mechanical material testing on defined, metastable material states under varying deformation conditions. In order to better assess the influence of the main alloying elements, experimental investigations were carried out on various binary (Al-Mg, Al-Si) model alloys with a systematic variation of the alloy contents and on a ternary Al-Mg-Si alloy.

Since precise knowledge on the microstructure of mechanically tested material states is of essential importance, comprehensive investigations were carried out concerning the microstructure development of the model alloys. In addition to thermal analyses by means of differential scanning calorimetry (DSC), microstructural analyses were carried out applying light and electron microscopy as well as energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX/EDS). Furthermore, atom probe tomography (APT) and electrical resistivity measurements were carried out for the determination of solute concentrations in aluminium alloys with super-saturated solid solutions.

The flow behaviour over a wide temperature and strain rate range was characterized systematically with thermomechanical analyses (TMA) on undercooled material states. On the basis of information obtained by microstructural investigations, the relevant influences were interpreted. This procedure allows a detailed description of the flow characteristics in correlation to both the microstructure of materials and the deformation conditions. At the same time, comprehensive experimental data for physically based material modelling of Al-Mg-Si alloys was generated.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort und Danksagung	i
Kurzfassung	iii
Abstract	v
Inhaltsverzeichnis	vii
1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik	3
2.1 Festphasenumwandlungen in Aluminiumlegierungen	3
2.1.1 Diffusionsabhängige Festphasenumwandlungen in metallischen Werkstoffen	3
2.1.2 Grundprinzipien beim Ausscheidungshärten von Aluminiumlegierungen	7
2.1.3 Ausscheidungsverhalten von Al-Mg-, Al-Si- und Al-Mg-Si-Legierungen	9
2.1.4 Modellansätze zur Beschreibung der Kinetik von Festphasenumwandlungen	17
2.2 Verformungsverhalten von Aluminiumlegierungen	22
2.2.1 Grundlagen plastischer Verformung	22
2.2.2 Einfluss der Mikrostruktur auf das Fließverhalten von Aluminiumlegierungen	25
2.2.3 Einfluss von Temperatur und Dehngeschwindigkeit auf das Fließverhalten von Aluminiumlegierungen	34
2.2.4 Charakterisierung von Festigkeitseigenschaften	40
2.3 Zielstellung der Arbeit	44
3 Material und Methoden	47
3.1 Modelllegierungen	47
3.2 Differential Scanning Calorimetry	49
3.3 Mikrostrukturanalytik	59
3.3.1 Lichtmikroskopie	62
3.3.2 Rasterelektronenmikroskopie	64
3.3.3 Transmissionselektronenmikroskopie	66
3.3.4 Dreidimensionale Atomsondentomografie	68
3.3.5 Elektrische Widerstandsmessungen	71
3.4 Thermomechanische Analyse	74
4 Ergebnisse	85
4.1 Reinaluminium (Al4N)	86
4.1.1 Mikrostrukturentwicklung	86
4.1.2 Fließverhalten	87
4.2 Al-Mg-Legierungen	92
4.2.1 Mikrostrukturentwicklung	92
4.2.2 Fließverhalten	95

4.3	Al-Si-Legierungen	109
4.3.1	Mikrostrukturentwicklung	109
4.3.2	Modellierung des Ausscheidungsverhaltens	133
4.3.3	Validierung der Modellvorhersagen	138
4.3.4	Fließverhalten	145
4.4	Al-Mg-Si-Legierung	157
4.4.1	Mikrostrukturentwicklung	157
4.4.2	Fließverhalten	164
5	Diskussion	167
5.1	Mikrostrukturentwicklung der Modelllegierungen	167
5.1.1	Reinaluminium (Al4N) und Al-Mg-Legierungen	167
5.1.2	Al-Si-Legierungen	168
5.1.3	Al-Mg-Si-Legierung	178
5.2	Festigkeits- und Fließverhalten der Modelllegierungen	183
5.2.1	Einfluss der Mikrostruktur auf das Fließverhalten	183
5.2.2	Einfluss der Temperatur auf das Fließverhalten	193
5.2.3	Einfluss der Dehngeschwindigkeit auf das Fließverhalten	197
6	Zusammenfassung	205
	Literaturverzeichnis	209
	Abbildungsverzeichnis	223
	Tabellenverzeichnis	229
	Selbstständigkeitserklärung	231
	Anhang	233
	A1: Abbildungen	233
	A2: Abkürzungsverzeichnis	235
	A3: Symbolverzeichnis	237

1 Einleitung

Aluminiumlegierungen sind nach Stählen die am häufigsten verwendeten metallischen Konstruktionswerkstoffe. Die vielfältigen Eigenschaften von Aluminiumlegierungen ermöglichen ihren Einsatz in den unterschiedlichsten Bereichen. Das große Spektrum an Eigenschaften wird neben der Legierungsbildung vor allem durch die Verarbeitungsprozesse realisiert. Insbesondere die mechanischen Eigenschaften werden maßgeblich nicht nur von der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes, sondern vielmehr von seiner Mikrostruktur bestimmt, welche durch den Produktionsprozess beeinflusst wird. Die kontrollierte Veränderung der Mikrostruktur des Werkstoffes, d. h. die bewusste Veränderung des Gefüges mit hoher Prozesssicherheit, ist dabei die Grundlage für die Einstellung gewünschter Eigenschaften und gleichzeitig die Voraussetzung für ein vorhersagbares Verhalten im Einsatz. Das Gefüge von Aluminiumlegierungen kann dabei nicht nur mechanisch, sondern vor allem auch durch thermische Prozesse beeinflusst werden. Hierdurch ergibt sich eine große Vielfalt an Einflussgrößen für die Ausnutzung des Werkstoffpotenzials, die hinsichtlich der Prozessoptimierung eine große Herausforderung darstellt.

Die Einsatzbedingungen eines Bauteils legen die erforderlichen mechanischen Gebrauchseigenschaften von Aluminiumlegierungen fest. Die Fertigung von Komponenten aus Aluminium-Knetlegierungen umfasst eine komplexe Prozesskette, die mehrere Wärmebehandlungs- und Umformschritte beinhaltet. Jeder Prozessschritt nimmt dabei Einfluss auf die Mikrostruktur der Legierung und somit auch auf ihre mechanischen Eigenschaften. Aus konstruktiver Sicht ist es wünschenswert, die Eigenschaften während der Verarbeitung möglichst genau zu kennen bzw. durch sorgfältige Prozesskontrolle einzustellen. Die Komplexität industrieller Prozesse erschwert eine Vorhersage resultierender Materialeigenschaften jedoch erheblich. Für die Entwicklung neuer Werkstoffvarianten und für die Optimierung von Produktionsprozessen werden daher immer häufiger Computersimulationen eingesetzt, welche die Zusammenhänge zwischen den Prozessparametern und dem Werkstoffverhalten abbilden. Eine grundlegende Voraussetzung für die Prozesssimulation ist ein geeignetes Werkstoffmodell, das es ermöglicht, Gefügezustände und daraus resultierende mechanische Eigenschaften zu jedem Zeitpunkt des Prozesses abbilden zu können. Insbesondere das Fließverhalten des Werkstoffes sollte in Abhängigkeit von Werkstoffzustand, Dehnrate und Temperatur möglichst genau beschrieben werden können.

Das Festigkeits- und Fließverhalten in Werkstoffmodellen wird traditionell durch empirische Zusammenhänge beschrieben, welche mit Hilfe mathematischer Funktionen die Fließkurve zu beschreiben versuchen. Derartige Modelle sind zwar in der Lage, gemessene Daten adäquat abzubilden. Sie besitzen jedoch keinerlei Vorhersagekraft über den gemessenen Bereich – beispielsweise hinsichtlich der Verformungsbedingungen – hinaus. Empirische Modelle beschreiben die Abhängigkeit der Fließspannung zudem mit makroskopischen Parametern (z. B. Dehnung, chemische Zusammensetzung des Werkstoffes). Da die mechanischen

Eigenschaften jedoch maßgeblich von der Mikrostruktur beeinflusst werden, sollte das Fließverhalten auch durch mikrostrukturelle Zustandsgrößen abgebildet werden. Diesen Ansatz verfolgen physikalisch basierte Modelle, welche die Fließspannung des Werkstoffes auf Basis der Mikrostrukturentwicklung beschreiben.

Ausgangspunkt für die Entwicklung physikalisch basierter Werkstoffgesetze sind stets experimentelle Daten, welche die werkstoff- und herstellungsspezifischen Eigenschaften abbilden sollen. Diese Daten müssen durch zeit- und kostenintensive Werkstoffversuche ermittelt werden, sodass der Modellierung meist experimentelle Daten mit stark limitiertem Testumfang zu Grunde liegen. Die Anwendbarkeit physikalisch basierter Modelle ist deshalb bisher auf bestimmte Werkstoffzusammensetzungen (Legierungselemente und -gehalte) sowie auf begrenzte Umformbedingungen (Temperaturen, Dehnraten) beschränkt. Ein weiteres Problem der Modellierung geht aus der Tatsache hervor, dass die experimentelle Datenbasis meist aus Versuchen an technischen Aluminium-Knetlegierungen mit konventionellen Prüfverfahren resultiert. Die Mikrostruktur technischer Legierungen ist jedoch durch eine Vielzahl unterschiedlicher Gitterbaufehler charakterisiert, deren Einfluss auf das Fließverhalten meist nicht separat bekannt ist. Ihre Auswirkungen auf ablaufende Ver- und Entfestigungsvorgänge bei mechanischer und thermischer Beanspruchung sind daher schwer zu berücksichtigen. Die Legierungen liegen darüber hinaus häufig in einem thermodynamisch metastabilen Zustand vor. Die temperaturabhängige Bestimmung von Eigenschaften mit konventionellen Prüfverfahren gestaltet sich dadurch schwierig, da sich die Mikrostruktur bereits während der Prüfung durch das Einbringen thermischer Energie ändern kann. Für eine grundlegende Modellierung und Modellvalidierung bedarf es somit Kenntnisse, die über den bisherigen Kenntnisstand hinausgehen.

In der vorliegenden Arbeit wird eine Methodik vorgestellt, die es erlaubt, mechanische Werkstoffprüfungen an Al-Mg-Si-Knetlegierungen mit definierten Mikrostrukturzuständen unter vergleichbaren Bedingungen durchzuführen. Die Werkstoffprüfung erfolgt überwiegend an unterkühlten, metastabilen Zuständen und kann über eine große Spannweite verschiedener Verformungsbedingungen angewendet werden. Für die Einstellung und mechanische Prüfung gezielter Werkstoffzustände sind umfängliche Kenntnisse zur Mikrostrukturentwicklung bei vorgenommenen Wärmebehandlungen erforderlich. Die notwendigen Informationen werden durch thermische Analysen und Mikrostrukturuntersuchungen bereitgestellt. Um einen Kenntnisgewinn zum Einfluss einzelner Faktoren auf das Festigkeits- und Fließverhalten von Al-Mg-Si-Legierungen zu erzielen, erfolgt die Charakterisierung für verschiedene Modelllegierungen mit systematischer Variation der chemischen Zusammensetzung. Hierdurch soll der Einfluss der Hauptlegierungselemente Mg und Si herausgestellt werden. Die Arbeit zeichnet somit eine Herangehensweise für die Untersuchung mechanischer Eigenschaften unter Berücksichtigung der vorliegenden Mikrostruktur vor und schafft zugleich eine umfangreiche Datenbasis für die Fließkurvenmodellierung von Al-Mg-Si-Legierungen mit physikalisch basierten Werkstoffmodellen.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Festphasenumwandlungen in Aluminiumlegierungen

2.1.1 Diffusionsabhängige Festphasenumwandlungen in metallischen Werkstoffen

Die Mikrostruktur metallischer Werkstoffe kann durch Phasenumwandlungen im festen Zustand in weiten Bereichen beeinflusst werden. Insbesondere durch Wärmebehandlungen herbeigeführte Temperaturänderungen können technologisch genutzt werden, um gezielte Phasenumwandlungen auszulösen oder unerwünschte Umwandlungsvorgänge zu unterdrücken. Der resultierende Zustand ist durch die vorliegenden Phasen, deren Zusammensetzung sowie ihre Anteile gekennzeichnet. Phasenumwandlungen sind dabei stets mit Eigenschaftsänderungen verbunden, da die beteiligten Phasen durch unterschiedliche physikalische und chemische Eigenschaften gekennzeichnet sind. In metallischen Legierungen sind Festphasenumwandlungen häufig an den Prozess der Diffusion gebunden. Die Grundlagen derartiger diffusionsabhängiger Umwandlungen sollen nachfolgend betrachtet werden. [1]

Keimbildung

Der Ablauf einer diffusionsgesteuerten Phasenumwandlung kann in die zwei Stadien Keimbildung und Keimwachstum unterteilt werden [2]. Bei der Keimbildung entstehen sehr kleine Teilchen einer neuen Phase, sogenannte Keime, durch thermische Atom-Fluktuationen. Der Prozess der Keimbildung ist somit eine Folge von örtlichen Schwankungen der Atomkonzentration in der Ausgangsphase. Durch Anlagerung weiterer Atome können diese Keime anwachsen, sodass es letztlich zur Bildung der neuen Phase kommt, die sich in ihrer Struktur sowie in ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften von der Ausgangsphase unterscheidet. Der zweiten Phase der Umwandlung – dem Keimwachstum – stehen Umwandlungshemmungen entgegen, sodass sich alle gebildeten Keime zunächst in einem thermodynamisch kritischen Zustand befinden [1]. Erst durch Aufbringung einer Aktivierungsenergie, die auch als Keimbildungsarbeit bezeichnet wird, können die Umwandlungshemmungen von einigen Keimen überwunden werden. Diese wachstumsfähigen Keime der neuen Phase können das Kristallwachstum unter bestimmten Bedingungen bis zum Erreichen eines Gleichgewichtszustandes ungehindert fortsetzen. Keime, welche die Umwandlungshemmungen nicht überwinden, lösen sich hingegen wieder auf.

Die Keimbildungsarbeit muss dabei durch Änderung der freien Enthalpie ΔG des Systems geleistet werden. Die Änderung der freien Enthalpie ΔG bei Bildung eines Keimes mit dem Radius r setzt sich im Allgemeinen aus den Beiträgen

$$\Delta G = -\Delta G_V + \Delta G_G + \Delta G_E = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_V + 4\pi r^2 \gamma + \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_E \quad (\text{Gleichung 2.1})$$

zusammen, wobei Δg_V und Δg_E jeweils eine auf die Volumeneinheit bezogene freie Bildungs-enthalpie bzw. freie elastische Verzerrungsenthalpie und γ die freie Grenzflächenenthalpie darstellen. Dies ist gültig unter Annahme einer homogenen Keimbildung, wobei die gebildeten Keime eine Kugelform aufweisen. Bei homogener Keimbildung laufen die Keimbildungsprozesse gleichmäßig im Volumen verteilt über den gesamten Bereich der Ausgangsphase allein durch die thermische Teilchenbewegung ab [2].

Durch den ersten Term in Gleichung 2.1 wird die Differenz der freien Enthalpie zwischen der instabilen Ausgangsphase und der sich neu bildenden stabileren Phase beschrieben. Die mit dem Phasenübergang einhergehende Änderung der freien Enthalpie $-\Delta G_V$ ist dem Volumen des Keimes proportional und verringert den Betrag der freien Enthalpie des Gesamtsystems [3]. Bei Bildung eines Keimes der neuen Phase bilden sich zwangsläufig Grenzflächen zwischen der Oberfläche des Keimes und der ihn umgebenden Matrix. Der auf die Oberfläche bezogene Wert der freien Enthalpie γ ist positiv und führt daher gleichzeitig zu einer Erhöhung der freien Enthalpie des Systems um $+\Delta G_G$. Diese Erhöhung der freien Enthalpie wirkt der Phasenumwandlung entgegen und kann somit als umwandlungshemmend angesehen werden. Gleiches gilt für den Enthalpieanteil $+\Delta G_E$, welcher aufgebracht werden muss, wenn die Phasenumwandlung mit einer Änderung der Kristallstruktur einhergeht. Im Allgemeinen wird sich das umgewandelte Volumen nicht perfekt in den Raum einpassen können, der zuvor von der Ausgangsphase eingenommen wurde [4]. Der Enthalpiebetrag resultiert deshalb aus den unterschiedlichen spezifischen Volumen von Matrix und Keim (Größe der Elementarzelle/Anzahl der Atome in der Elementarzelle) und den daraus resultierenden elastischen Verzerrungsspannungen [3]. Die freie elastische Verzerrungsenthalpie ist dem Keimvolumen direkt proportional, sodass das Wachstum des Keimes durch zunehmende Verzerrungen behindert wird.

Die Änderung der freien Enthalpie ist nach Gleichung 2.1 vom Keimradius r abhängig. Die freie Enthalpie des Systems nimmt mit zunehmendem Radius anfänglich zu. Erst nach Erreichen eines Maximums – der Keimbildungsarbeit ΔG^* – verringert sich die Änderung der freien Enthalpie. Übertragen auf den Prozess der Phasenumwandlung bedeutet dies, dass die Anlagerung weniger Atome zu einem kleinen lokalen Bereich der neuen Festphase zu einer Erhöhung der Enthalpie beiträgt. Erst sobald der Keim eine kritische Größe r^* annimmt und die Aktivierungsenergie überwindet, kann er unter Abnahme der freien Enthalpie des Systems sein Wachstum fortsetzen. Nichtwachstumsfähige Keime mit $r < r^*$ werden sich durch das Streben in Richtung Gleichgewicht unter Verringerung der Enthalpie hingegen wieder auflösen. Sowohl der kritische Radius r^* als auch die Keimbildungsarbeit ΔG^* nehmen mit zunehmender Unterschreitung der Temperatur des Phasengleichgewichtes ab. [1]

Die Anzahl wachstumsfähiger Keime nimmt daraus folgend bei Verringerung der Temperatur zu und lässt sich durch die Funktion

$$n^* = K_1 \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (\text{Gleichung 2.2})$$

beschreiben. Hierin ist K_1 eine Konstante, die von der Gesamtzahl der Keime abhängig ist, k_B ist die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur. Die Temperaturabhängigkeit von n^* ist grafisch in Abbildung 2.1 dargestellt. Der Keimbildungsprozess wird darüber hinaus von dem ebenfalls temperaturabhängigen Mechanismus der Diffusion beeinflusst. Hierbei spielt neben den temperaturabhängigen Diffusionskoeffizienten der beteiligten Atome auch die Häufigkeit v_d eine Rolle, mit der sich Atome der Ausgangsphase an die Keime anlagern. Diese Häufigkeit lässt sich mit der folgenden Gleichung ausdrücken, in der K_2 eine Konstante darstellt, welche die Schwingungsfrequenz der Atome einbezieht, und Q_d die Aktivierungsenergie für Diffusion beschreibt:

$$v_d = K_2 \exp\left(-\frac{Q_d}{k_B T}\right) \quad (\text{Gleichung 2.3}).$$

Da Diffusionsprozesse mit sinkender Temperatur gehemmt werden, wirkt der Diffusionseffekt einer Erhöhung von n^* mit abnehmender Temperatur entgegen. Dies hat Einfluss auf die Anzahl der pro Volumen- und Zeiteinheit entstehenden Keime, welche proportional zum Produkt aus n^* und v_d ist und entsprechend mithilfe der Keimbildungsrate \dot{N} quantifiziert werden kann:

$$\dot{N} = K_3 n^* v_d = K_1 K_2 K_3 \left[\exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \exp\left(-\frac{Q_d}{k_B T}\right) \right] \quad (\text{Gleichung 2.4}).$$

In dieser Gleichung stellt K_3 eine Konstante dar, welche der Anzahl der Atome auf der Oberfläche eines Keimes entspricht [2,3].

Stellt man die Temperaturabhängigkeit der eingeführten Größen grafisch dar (Abbildung 2.1), zeigt sich eine Zunahme der Keimbildungsrate bei Unterschreitung der Temperatur des Phasengleichgewichtes. Da signifikante Werte der Keimbildungsrate erst bei tieferen Temperaturen erreicht werden, kann das System unter die Temperatur der Gleichgewichtsumwandlung abgesenkt werden, ohne dass der Umwandlungsprozess einsetzt. Diese Unterschreitung ΔT wird Unterkühlung genannt und ist zugleich die treibende Kraft für die Phasenumwandlung. Mit zunehmender Unterkühlung verringert sich die erforderliche Keimbildungsarbeit ΔG^* . Gleichzeitig werden mit fortschreitender Unterkühlung jedoch Diffusionsprozesse behindert, was die Keimbildung wiederum hemmt. Daher fällt die Keimbildungsrate nach Erreichen eines Maximums mit weiter sinkender Unterkühlung wieder ab. [2,3]

Bislang wurden die grundlegenden Betrachtungen auf homogene Keimbildungsprozesse beschränkt. Die Keimbildung erfolgt bei Festphasenumwandlungen jedoch häufig an vorhandenen Gitterdefekten [3]. Die Keimbildungsarbeit verringert sich erheblich, wenn sich Keime an bereits vorliegenden Oberflächen oder Grenzflächen bilden können. Dies liegt in einer Verringerung der freien Grenzflächenenthalpie γ begründet [2]. Da sich die an der Phasenumwandlung beteiligten Atome an die Fremdkeime anbinden und die Keimbildung somit nicht an einer beliebigen Position der Ausgangsphase abläuft, spricht man von heterogener

Keimbildung. Aufgrund der geringeren Keimbildungsarbeit verschiebt sich die temperaturabhängige Funktion der Keimbildungsrate zu höheren Temperaturen, sodass eine signifikante Keimbildung schon bei wesentlich geringerer Unterkühlung einsetzt [2].

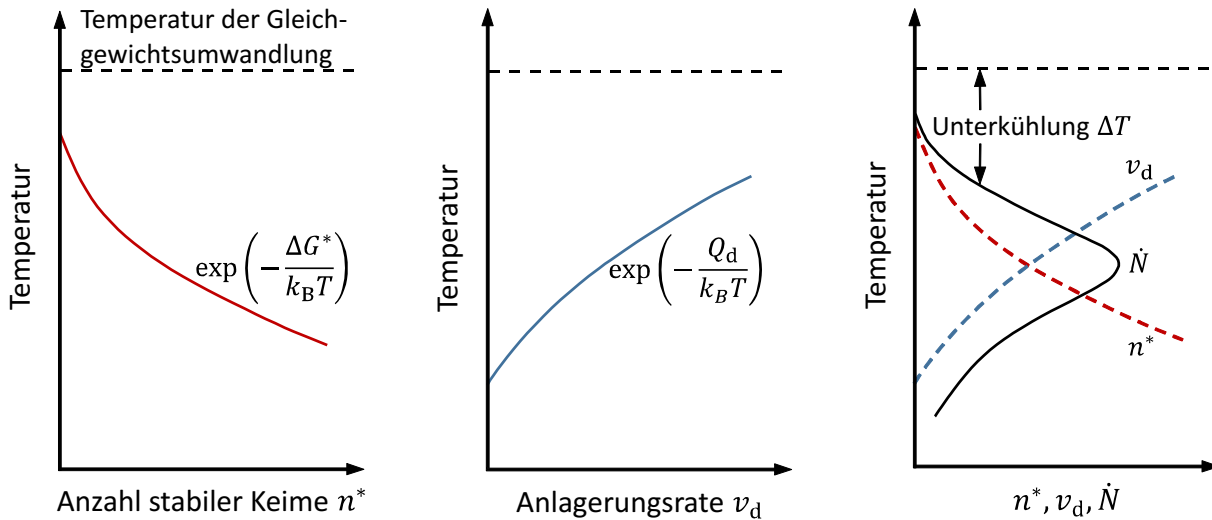


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit relevanter Größen für den Keimbildungsprozess (nach [2], S. 318).

Keimwachstum

Die zweite Phase eines diffusionsgesteuerten Umwandlungsprozesses – das Keimwachstum – tritt ein, sobald ein Keim die kritische Keimgröße r^* überschritten hat und somit stabil geworden ist. Durch Einbindung von Atomen der Ausgangsphase in das Kristallgitter des Keimes wächst dieser zu Teilchen der neuen Phase [1]. Das Wachstum der neuen Phase erfolgt durch Diffusion von Atomen aus der Ausgangsphase über die Grenzfläche Keim/Matrix in den Keim hinein, sodass die Wachstumsrate des Keimes \dot{G} von der Diffusionsgeschwindigkeit und daher von der Temperatur abhängt [2]:

$$\dot{G} = K_4 \exp\left(-\frac{Q_d}{k_B T}\right) \quad (\text{Gleichung 2.5}).$$

Bei hohen Temperaturen (nahe der Gleichgewichtstemperatur) liegen hohe Wachstumsraten vor, während die Wachstumsraten von Keimen bei tieferen Temperaturen gering ausfallen. Die Keimbildungsrate \dot{N} und die Wachstumsrate \dot{G} bestimmen zusammen die Gesamtrate des Phasenumwandlungsprozesses. Bei einer geringen Unterkühlung liegen minimale Werte der Keimbildungsrate vor, während die Wachstumsrate aufgrund thermisch aktivierter Diffusionsprozesse hoch ist. Daraus lässt sich ableiten, dass bei Phasenumwandlungen nahe der Gleichgewichtstemperatur wenige, dafür jedoch große Bereiche der neuen Phase gebildet werden. Andererseits laufen Phasenübergänge bei größerer Unterkühlung mit hohen Keimbildungsraten und geringen Wachstumsraten ab. Die Mikrostruktur weist nach Abschluss der Umwandlung viele Teilchen der neuen Phase auf, welche jedoch kleinere Abmessungen besitzen. [2]

Diffusionsabhängige Phasenumwandlungen in metallischen Werkstoffen sind zeitabhängige Prozesse, sodass die Geschwindigkeit von Temperaturänderungen eine große Bedeutung hat.

Gleichgewichtsnahe Zustände lassen sich durch sehr langsame Erwärm- oder Abkühlprozesse herbeiführen. Da die Gesamtumwandlungsrate bei tiefen Temperaturen sehr geringe Werte annimmt (bedingt durch die geringe Keimbildungs- und Wachstumsrate), lassen sich durch sehr schnelle Abkühlung auf tiefe Temperaturen Mikrostrukturen einstellen, die sich nicht im thermodynamischen Gleichgewicht befinden. Je nach Geschwindigkeit der Temperaturänderung können Umwandlungsprozesse ganz unterdrückt werden oder es stellen sich metastabile Zwischenzustände ein. [2]

2.1.2 Grundprinzipien beim Ausscheidungshärten von Aluminiumlegierungen

Festphasenumwandlungen spielen eine wesentliche Rolle bei der Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen und werden unter anderem ausgenutzt, um Festigkeitssteigerungen durch ausgeschiedene nanoskalige Sekundärphasen zu erzielen. Aushärtbare Aluminiumlegierungen zeichnen sich grundlegend durch eine mit sinkender Temperatur abnehmende Löslichkeit des α -Mischkristalls (MK) für charakteristische Legierungselemente aus. Der Gehalt an Legierungselementen derartiger Legierungen übersteigt dabei die Gleichgewichtslöslichkeit im α -MK bei Raumtemperatur (RT). Durch gezielte Wärmebehandlungsprozesse lassen sich durch Festphasenumwandlungen Mikrostrukturzustände einstellen, die eine Festigkeitssteigerung bewirken. Detaillierte Beschreibungen theoretischer Grundlagen der Ausscheidungshärtung sowie der praktischen Umsetzung für verschiedene Legierungssysteme sind mehrfach zusammenfassend dokumentiert (siehe z. B. [5–7]). Die Grundprinzipien der Wärmebehandlung werden nachfolgend kurz wiedergegeben, da sie einerseits einen wichtigen industriellen Prozessschritt darstellt und andererseits in dieser Arbeit genutzt wird, um definierte Mikrostrukturzustände einzustellen.

Lösungsglühen

Im ersten Wärmebehandlungsschritt erfolgt eine Glühbehandlung bei legierungsspezifischer Temperatur. Ziel der Lösungsglühung ist die Einstellung eines möglichst homogenen MK.¹ Ein maximaler Anteil der zu einer Aushärtung führenden Legierungsbestandteile soll dabei im α -MK gelöst werden. Die Glühbehandlung erfolgt daher meist etwas unterhalb der eutektischen Temperatur, bei welcher in vielen Legierungssystemen die maximale Löslichkeit der Legierungszusätze vorliegt. Durch die Glühbehandlung bei hoher Temperatur liegt zugleich eine im Vergleich zur RT hohe Gleichgewichtskonzentration an Leerstellen im Kristallgitter vor, welche für nachfolgende Wärmebehandlungsschritte von großer Bedeutung ist.

Abschrecken

Aufgrund der mit sinkender Temperatur abnehmenden Löslichkeit bewirkt eine Verringerung der Temperatur im Anschluss an die Lösungsglühung je nach Abkühlgeschwindigkeit eine Entmischung oder eine Übersättigung des α -MK. Die zunehmende Unterkühlung ist die treibende Kraft für Festphasenumwandlungen, bei welchen der überschüssige Lösungsgehalt

¹ gilt für Aluminium-Knetlegierungen

aus dem α -MK ausgeschieden wird (vgl. Kapitel 2.1.1). Bedingt durch die hohen Wachstumsraten bei erhöhter Temperatur kommt es bei langsamer Abkühlung zur Bildung von groben, meist inkohärenten Teilchen, die keinen wesentlichen Festigkeitsbeitrag liefern. Die Ausscheidungsbildung beim Abkühlen ist somit unerwünscht, da ausgeschiedene Legierungselemente für die Bildung festigkeitssteigernder Partikel in nachfolgenden Prozessschritten nicht mehr zur Verfügung stehen. Durch rasche Abkühlung auf tiefe Temperaturen kann es gelingen, Diffusionsprozesse (vollständig) zu unterdrücken und eine vorzeitige Ausscheidungsbildung zu verhindern. Dadurch verbleiben sowohl Fremdatome als auch ein wesentlicher Anteil an Leerstellen übersättigt in Lösung. Die für eine vollständige Übersättigung notwendige Abkühlgeschwindigkeit ist in erster Linie von der Legierungszusammensetzung abhängig. Grundsätzlich gilt, dass die erforderliche Abschreckgeschwindigkeit mit zunehmendem Legierungsgehalt ansteigt – die Abschreckempfindlichkeit erhöht sich.

Das Abschrecken ist nicht nur in Hinsicht auf Phasenumwandlungsprozesse ein kritischer Prozessschritt. Wenngleich hohe Abkühlraten für eine Erzielung bestmöglicher mechanischer Eigenschaften erforderlich sind, führen hohe Abkühlraten in der Regel gleichzeitig zur Ausbildung von Eigenspannungen und zu unerwünschtem Verzug im abgeschreckten Bauteil. Die Abkühlbedingungen in der Praxis sind darüber hinaus von der Materialdicke des Produkts und vom Abschreckmedium abhängig. Die technologisch angewandten Abschreckbedingungen stellen somit meist einen Kompromiss dar, bei welchem die geforderten Festigkeitseigenschaften erzielt werden, andererseits jedoch möglichst wenig Verzug auftritt. Auftretender Verzug muss in der Regel durch aufwändige nachfolgende Fertigungsschritte wieder beseitigt werden. Ein grundlegendes Verständnis über den Einfluss unterschiedlicher Abkühlbedingungen ist daher von erheblicher technologischer und wirtschaftlicher Bedeutung.

Auslagern

Eine wesentliche Festigkeitssteigerung wird durch eine an das Abschrecken angeschlossene Auslagerungsbehandlung erreicht, bei welcher aus dem an Fremdatomen und Leerstellen doppelt übersättigten MK feine (nanoskalige) metastabile Phasen ausgeschieden werden. Für eine maximale Festigkeitssteigerung wird eine Mikrostruktur mit zahlreichen, gleichmäßig fein verteilten Teilchen einer kritischen Größe angestrebt, welche möglichst kohärente oder teilkohärente Grenzflächen zur umgebenden Al-Matrix aufweisen. Die mikrostrukturellen Veränderungen bei der kontrollierten Entmischung des übersättigten MK und ihre Auswirkungen auf die Werkstoffeigenschaften wurden über mehrere Jahrzehnte intensiv untersucht und sind noch immer Gegenstand vieler aktueller Forschungsaktivitäten.

In den meisten aushärtbaren Legierungssystemen folgt der Entmischungsvorgang einer komplexen zeit- und temperaturabhängigen Ausscheidungssequenz. Durch die Umverteilung gelöster Fremdatome können sich zunächst Cluster (lokale Ansammlungen von Legierungselementen in der Struktur des α -MK) oder sogenannte Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen, meist zweidimensionale Strukturen mit Abmessungen von wenigen nm) bilden. Es

folgen weitere Vorstufen- oder Übergangsphasen mit eigenen Kristallstrukturen und Zusammensetzungen. Die Kristallstrukturen dieser metastabilen Übergangsphasen weichen von der Struktur der Gleichgewichtsphasen ab. Häufig weisen diese Ausscheidungen spezifische kristallografische Orientierungsbeziehungen zur Al-Matrix auf, sodass in Bezug auf einige Gitterebenen des MK weiterhin Kohärenz besteht. Mit ansteigender Auslagerungstemperatur und -zeit werden die kohärenten Strukturen durch Partikel mit zur Al-Matrix abweichender Kristallstruktur ersetzt oder in diese umgewandelt, sodass die Kohärenz bzw. Teilkohärenz verloren geht. Meist ist dieser Vorgang durch weitere Änderungen der Kristallstruktur der Partikel hin zur Struktur der Gleichgewichtsphase des Systems begleitet. Die Morphologie (z. B. kugel-, platten-, nadelförmig) aller sich bildenden Ausscheidungsphasen wird durch den Keimbildungsmechanismus und durch den Grenzflächen- sowie den Verzerrungsanteil der freien Enthalpie bestimmt.

Es sei ausdrücklich darauf hingewiesen, dass der Entmischungsvorgang des α -MK von einer Vielzahl an Parametern beeinflusst wird und nicht alle Legierungssysteme aushärtbar sind, selbst wenn eine temperaturabhängige Löslichkeit der Fremdatome vorliegt. Das Ausscheidungsverhalten wird durch die chemische Zusammensetzung und durch die Mikrostruktur (z. B. Versetzungsdichte, Korngröße, Fremdphasen) vor Durchführung der Wärmebehandlung beeinflusst. Des Weiteren haben die Lösungsglühtemperatur und -dauer sowie die Abschreckgeschwindigkeit Auswirkung auf die Ausscheidungsfolge und -kinetik. Die Ausscheidungssequenz wird schließlich im wesentlichen Maß durch die Auslagerungsparameter (Temperatur, Zeit) beeinflusst. Grundlegende Kenntnisse über Ausscheidungsvorgänge in den in dieser Arbeit untersuchten Legierungssystemen werden im folgenden Kapitel beschrieben.

2.1.3 Ausscheidungsverhalten von Al-Mg-, Al-Si- und Al-Mg-Si-Legierungen

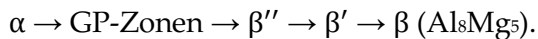
Al-Mg-Legierungen

Das Phasengleichgewichtsdiagramm des binären Legierungssystems Al-Mg kann den Quellen [8–11] bzw. dem Anhang dieser Arbeit (Abbildung A.1) entnommen werden. Aluminium bildet mit der intermetallischen Verbindung β (Al_8Mg_5) ein Eutektikum bei einem Massenanteil von etwa 34,5 % Mg^2 und einer Temperatur von 450 °C. Die mit dem α -MK im Phasengleichgewicht stehende β -Phase (Al_8Mg_5) wird häufig auch als Al_3Mg_2 bezeichnet, wenngleich die Zusammensetzung (37,3 % Mg) außerhalb des im Phasendiagramm eingetragenen Existenzbereichs (34,8 – 37,1 % Mg) liegt [9]. Bei der eutektischen Temperatur liegt auch die maximale Löslichkeit des α -MK vor, welche mit 17,4 % Mg angegeben wird. Die

² Eine quantitative Beschreibung der Zusammensetzung von Stoffgemischen sollte nach DIN 1310 [12] stets mit Gehaltsangaben wie ‚Stoffmengenanteil‘ oder ‚Massenanteil‘ vorgenommen werden. In dieser Arbeit erfolgt die Gehaltsangabe teilweise mit den veralteten Bezeichnungen ‚Massenprozent (ma.%)‘ sowie ‚Atomprozent (at.%)‘, da sie in der Werkstoffwissenschaft weiterhin stark verbreitet sind.

Löslichkeit von Mg ist stark temperaturabhängig und verringert sich mit fallender Temperatur erheblich. Bei RT beträgt der lösbare Massenanteil noch etwa 1,9 %.

Das Phasenumwandlungsverhalten von Al-Mg-Legierungen wurde bereits intensiv durch kalorimetrische [13–21] und dilatometrische [22] Experimente sowie durch elektrische Widerstandsmessungen [14,17,23] unter isothermen und nicht-isothermen Bedingungen analysiert. Häufig wurden die Untersuchungen durch elektronenmikroskopische Mikrostrukturanalysen oder Anwendung mechanischer Prüfverfahren ergänzt [16–21,23–25]. Dem Entmischungsprozess liegt demnach eine mehrstufige Ausscheidungssequenz zu Grunde:



Aus dem übersättigten α -MK (kfz) können in Abhängigkeit der Umwandlungsbedingungen und des Legierungsgehaltes verschiedene metastabile Vorstufenphasen gebildet werden, da die Aktivierungsenergie bzw. Keimbildungsarbeit von (teil)kohärenten Phasen geringer ist als jene, die zur direkten Bildung der Gleichgewichtsphase β erforderlich wäre. So wurden nach sehr langen Auslagerungszeiten bei RT kohärente GP-Zonen nachgewiesen. Lassen die Umwandlungsbedingungen einen kontinuierlichen Ausscheidungsprozess zu, kommt es nachfolgend zur Bildung von ebenfalls kohärenten β'' -Teilchen. Darüber hinaus ist eine teilkohärente β' -Phase mit hexagonaler Kristallstruktur nachgewiesen worden. Letztlich bildet sich die Gleichgewichtsphase β mit komplexer kfz-Struktur.

Untersuchungen zur Ausscheidungssequenz von Al-Mg-Legierungen erfolgten meist an sehr hochlegierten Varianten mit bis zu 17 at.% Mg. Analysen an Legierungen mit geringen Mg-Gehalten zeigen meist keine signifikante Entmischung des α -MK. Bournane et al. [23] untersuchten das Ausscheidungsverhalten aus dem vollständig übersättigten MK unter isothermen Auslagerungsbedingungen bei 250 °C durch elektrische Widerstandsmessungen, Messungen der Gitterkonstante und mittels Härteprüfungen. Für die Legierung AlMg3 konnten selbst nach 100 h bei allen drei Messverfahren keine Anzeichen für eine Entmischung des MK festgestellt werden. An einer Legierung mit erhöhtem Mg-Gehalt AlMg8 wurde hingegen ein kontinuierlicher Ausscheidungsvorgang nachgewiesen. Weitere Untersuchungen an AlMg3 von Boucheur et al. [18] legen den gleichen Schluss nahe. Weder eine Kaltauslagerung von 12 Jahren noch eine Warmauslagerung für 5 h bei 250 °C zeigte eine signifikante Ausscheidungsbildung. Auf transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen sind keine Partikel nachweisbar und die mittels Röntgendiffraktometrie bestimmte Gitterkonstante weist darauf hin, dass noch alle Mg-Atome in Lösung vorliegen. Zusätzliche Untersuchungen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie bestätigen die Erkenntnisse. Auch eine Legierung mit einem Massenanteil von 5 % Mg weist ein äußerst träges Umwandlungsverhalten auf, wie Nakayama et al. [17] zeigen. In ihrer Arbeit wurden vollständig übersättigte MK bei Temperaturen zwischen 100 °C und 300 °C für bis zu 115 d warmausgelagert. Erst ab Temperaturen von über 180 °C lassen sich Ausscheidungen nachweisen, wobei sich erst nach etwa 170 h Anzeichen für eine Teilchenbildung zeigen. Bei den ausgeschiedenen Teilchen handelt

es sich mit hoher Wahrscheinlichkeit um die Gleichgewichtsphase β , sodass keine Vorstufenphasen gebildet werden. Nach [7] ist für die Bildung kohärenter Phasen (GP-Zonen bzw. β'') eine sehr hohe Übersättigung des α -MK notwendig: Mg-Gehalte $> 7\%$ scheinen erforderlich. Van Rooyen et al. [15] gibt an, dass für die Bildung von GP-Zonen bei RT ein gelöster Mg-Anteil von mindestens 10 at.% notwendig ist. Durch verschiedene Untersuchungen (siehe [9]) ist abgesichert, dass die kohärenten Vorstufenphasen nur bei geringen Auslagerungstemperaturen gebildet werden. Bei Warmauslagerungen erfolgt eine direkte Ausscheidung der teilkohärenten β' -Phase bzw. der inkohärenten β -Phase aus der Matrix.

Technische Al-Mg-Knetlegierungen weisen typischerweise Mg-Gehalte von 1 bis 5 ma.% auf [6], sodass meist keine metastabilen Ausscheidungen vorliegen. Das System Al-Mg wird dementsprechend als nicht aushärtbares Legierungssystem klassifiziert. Nicht lösbares Mg scheidet sich bei sehr langsamer Abkühlung nach einer Glühbehandlung (z. B. Homogenisierungs- oder Lösungsglühung) bzw. während Auslagerungsbehandlungen bei hoher Temperatur im Wesentlichen als β -Phase in Form zusammenhängender Bänder an den Korngrenzen der α -MK aus [6,7,9]. Der Grund für die heterogene Ausscheidungsbildung an Korngrenzen wird in der gegenüber der Volumendiffusion enorm höheren Diffusionsgeschwindigkeit von Mg-Atomen entlang der Korngrenzen gesehen [7]. Hochaufgelöste transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen unterschiedlicher Auslagerungszustände einer kommerziellen Al-Mg-Knetlegierung deuten darauf hin, dass auch die Diffusion entlang von Versetzungen (pipe diffusion) eine wesentliche Rolle spielt [25].

Allgemein lässt sich jedoch feststellen, dass Diffusionsprozesse gelöster Mg-Atome im Aluminiumgitter unterhalb der eutektischen Temperatur Al-Al₈Mg₅ sehr träge ablaufen [9], wodurch technische Al-Mg-Knetlegierungen bei RT meist einen Zustand der Übersättigung aufweisen. Unter Einbeziehung verschiedenster Publikationen [26–28] gibt Ostermann [7] einen Erklärungsansatz für die gehemmte Phasenumwandlungskinetik in Al-Mg-Legierungen. Demnach liegt die wesentliche Ursache in der hohen Bindungsenergie zwischen gelösten Mg-Atomen und Leerstellen des Aluminiumgitters. Die Untersuchungen von Wolverton et al. [27] weisen darauf hin, dass die Bindungsenergie mit der Größe gelöster Legierungselementatome ansteigt. Die Differenz der Atomradien von Mg und Al beträgt $\Delta r = r_{\text{Mg}} - r_{\text{Al}} = +0,0169\text{ nm}$, was zu einer Vergrößerung der Al-Gitterkonstante um $+0,46\text{ pm}$ pro 1 at.% Mg führt [5]. Von allen Hauptlegierungselementen in Aluminiumlegierungen weist Mg damit den größten Atomradius auf. Im Vergleich zu anderen Legierungselementen (z. B. Cu, Si, Zn) ist die Bindungsenergie zwischen Mg und Leerstellen somit deutlich höher [28]. Die Ausheilung übersättigter Leerstellen bei RT wird aufgrund der hohen Bindungsenergie weitgehend unterdrückt. Die hohe Leerstellenkonzentration begünstigt die Diffusion von Mg jedoch nicht, da sich energetisch stabile Mg/Leerstellen-Komplexe bilden. Durch elektrische Widerstandsmessungen zeigten Panseri et al. [29] schon 1958, dass sehr geringe Mg-Gehalte (0,13 at.%) ausreichen, um übersättigte Leerstellen bei RT zu binden. Die entstehenden Mg/Leerstellen-Komplexe scheinen sich erst bei Temperaturen oberhalb 100 °C wieder aufzulösen.

Al-Si

Hinsichtlich der Untersuchung von Festphasenumwandlungen ist das binäre System Al-Si ein ideales Modellsystem, da lediglich zwei Gleichgewichtsphasen – der Al-Mischkristall (kfz) und der Si-Mischkristall mit kubischer Diamantstruktur (kd) – auftreten. Weitere stabile oder metastabile intermetallische Phasen existieren im reinen binären System nach bisherigem Stand des Wissens nicht [5,30]. Darüber hinaus sind beide Elemente im jeweils anderen Wirtsgitter bei RT praktisch unlöslich. Das Phasengleichgewichtsdiagramm des einfachen eutektischen Systems ist in den Quellen [8,9,31] nachzuschlagen (s. a. Anhang: Abbildung A.2). Die eutektische Temperatur beträgt 577 °C, bei welcher die maximale Löslichkeit von Si im α -MK vorliegt. Im Vergleich zum System Al-Mg ist die maximale Löslichkeit mit einem Massenanteil von 1,65 % Si sehr gering. Mit abnehmender Temperatur sinkt die Löslichkeit erheblich, beträgt bei 250 °C bereits weniger als 0,05 at.% und ist bei RT vernachlässigbar klein [32].

Das Ausscheidungsverhalten von Al-Si-Legierungen wurde bereits grundlegend untersucht. Röntgenografische und elektronenmikroskopische Untersuchungen [33] zeigen, dass die Entmischung des übersättigten MK stets von der Ausscheidung Siliziums mit kubischer Diamantstruktur gekennzeichnet ist, was im Einklang zu den Erkenntnissen von Dix et al. [34] steht. Die Ausscheidung von Si-Partikeln mit kubischer Diamantstruktur erfolgt scheinbar ohne das Auftreten von Zwischenstufen durch die Bildung anfänglich sehr kleiner Si-Cluster [30]. Nakagawa et al. [35] zeigen durch hochauflösende Elektronenmikroskopaufnahmen an einer hochreinen Legierung AlSi_{1,2}, dass sich während einer Warmauslagerung bei 200 °C plattenförmige Si-Kristalle aus dem vollständig übersättigten MK bilden, welche teilkohärent mit der Al-Matrix sind. Mit andauernder Auslagerungszeit wachsen die Teilchen kontinuierlich an. Bei welcher Teilchengröße die Kohärenz zur Matrix vollständig verloren geht, ist nicht bekannt. Nakagawa et al. vermuten jedoch, dass anwachsende, sehr dünne Si-Platten sowohl kohärente als auch inkohärente Grenzflächen aufweisen.

Der Einfluss verschiedener thermischer Behandlungen auf das Ausscheidungsverhalten wurde bereits 1958 von Rosenbaum und Turnbull an einer Al-Si-Legierung mit einem Massenanteil von 1 % Si durch elektrische Widerstandsmessungen erforscht [36]. Kurz darauf wurden die Untersuchungen durch umfassende mikrostrukturelle Analysen ergänzt [33,37]. Interessanterweise konnten im Anschluss an eine Glühbehandlung (580 °C, 30 min) weder nach einer sehr raschen Wasserabschreckung auf RT noch nach einer Abkühlung an ruhender Luft Ausscheidungspartikel nachgewiesen werden, was auf eine geringe Abschreckempfindlichkeit niedriglegierter binärer Al-Si-Legierungen hindeutet. Es zeigte sich jedoch, dass die Ausscheidungskinetik und die Zahl der entstehenden Siliziumkeime bei einer anschließenden Warmauslagerung stark von der thermischen Vorbehandlung abhängen. Als Ursache für die deutlich beschleunigte Ausscheidungsbildung und die größere Anzahl an Ausscheidungspartikeln in wasserabgeschreckten Proben (im Vergleich zu an Luft abgekühlten Proben) wurde die stark übersättigte Konzentration von Leerstellen angesehen [36].

Der große Einfluss von Leerstellen auf das Ausscheidungsverhalten ist mittlerweile unbestritten und kann den Keimbildungsmechanismus auf zwei Weisen beeinflussen [38]. Einerseits wird die Diffusionsbewegung von Si-Atomen durch die hohe Leerstellenkonzentration begünstigt, wodurch die homogene Keimbildung erleichtert wird. Andererseits können Leerstellen unter bestimmten Voraussetzungen selbst als Keimstellen für die Si-Ausscheidung dienen. So scheinen sich übersättigte Leerstellen zu agglomerieren und Cluster (z. B. Versetzungsringe oder Poren) zu bilden, die bei nachfolgender Warmauslagerung als Keimstellen dienen und die Keimbildungsarbeit für Si-Ausscheidungen herabsetzen [39,40]. Den Mechanismus der Kondensation von Leerstellen zu Versetzungsringen beschreibt z. B. Demny [41] im Detail. Auch während der Wachstumsphase von Ausscheidungen spielen Leerstellen eine wesentliche Rolle. Das Atomvolumen³ von ausgeschiedenem Si (kd) ist im Vergleich zum α -MK (kfz) mit substitutionell gelöstem Si signifikant größer ($> 20\%$ [44]). Aufgrund der volumetrischen Fehlpassung ist eine Ausscheidung von Si somit unausweichlich an große Umwandlungsspannungen geknüpft [45,46]. Leerstellen könnten somit dazu beitragen, die resultierenden Dehnungen an den Partikel/Matrix-Grenzflächen abzubauen. Mit wachsender Partikelgröße ist auch denkbar, dass Versetzungsstrukturen die Fehlpassung zwischen Si-Partikeln und der Matrix ausgleichen [46].

Das Kristallwachstum in Systemen mit kubischer Diamantstruktur erfolgt häufig anisotrop, wodurch sich Kristallite mit plattenförmiger Morphologie ausbilden [47]. In verschiedenen Veröffentlichungen wurde jedoch berichtet, dass Si-Ausscheidungen unterschiedliche Morphologie aufweisen können. Rosenbaum und Turnbull weisen in [33] sowohl plattenförmige Teilchen mit hexagonaler Form als auch Partikel mit näherungsweise allseitig gleicher Ausdehnung nach. Beugungsexperimente mit Röntgenstrahlung und Elektronen [33,37] deuten darauf hin, dass nicht alle Si-Partikel definierte Orientierungsbeziehungen zur Al-Matrix aufweisen, wenngleich kristallografische Ebenen einiger plattenförmiger Teilchen parallel zu Ebenen des Al-Gitters ausgerichtet sein können. So wurden Partikel mit paralleler Ausrichtung zu den Ebenen $\{100\}_{Al}$, $\{110\}_{Al}$, $\{111\}_{Al}$ und $\{211\}_{Al}$ nachgewiesen [30]. Auch die metallografischen Aufnahmen in [30,38,39,48–52] verdeutlichen, dass für Legierungen mit unterschiedlichen Si-Gehalten und Wärmebehandlungszuständen Si-Ausscheidungen verschiedener Gestalt vorliegen können. Es ist wahrscheinlich, dass zwei unterschiedliche Keimbildungsmechanismen Auswirkung auf die Teilchenmorphologie nehmen. Die Ausscheidung von Si-Platten erfolgt vermutlich an Leerstellenclustern, während die Bildung globularer Si-Ausscheidungen mit höherer Stabilität auf homogene Keimbildung zurückgeht [43]. Einer heterogenen Keimbildung könnte auch die homogene Bildung von Si-Clustern vorangehen, wie Untersuchungen in [53] andeuten. Nicht wachstumsfähige Si-Cluster könnten dabei

³ Unter Atomvolumen versteht man den Quotienten aus Atommasse und Dichte, d. h. jenes Volumen, welches von einem Mol des Elementes im festen Aggregatzustand unter Standardbedingungen eingenommen wird [42]. Die Berechnung der prozentualen Volumenänderung kann beispielsweise der Quelle [43] entnommen werden.

bevorzugte Stellen für weitere heterogene Keimbildung sein, sodass es sich um einen gekoppelten homogenen/heterogenen Mechanismus handelt. Hochaufgelöste elektronenmikroskopische Aufnahmen in [35] unterstützen diese Theorie.

Experimentelle Untersuchungen zur Ausscheidungskinetik in Al-Si-Legierungen wurden von van Rooyen und Mittemeijer [54] durchgeführt. Sie zeigten, dass thermische Effekte bei kalorimetrischen Analysen rein binärer Legierungen direkt der Ausscheidung bzw. Auflösung von Si-Partikeln zugeschrieben werden kann. Weitere Untersuchungen zur Umwandlungskinetik wurden von Starink et al. [50,55,56] und Lasagni et al. [43,57–59] mit verschiedenen Verfahren der thermischen Analyse vorgenommen. Dabei wurden unterschiedliche Legierungsgehalte, Wärmebehandlungszustände und sowohl isotherme als auch nicht-isotherme Versuchsführungen untersucht. Thermische Effekte, welche auf das Auftreten von metastabilen Vorstufenphasen hindeuten, wurden nicht nachgewiesen. Die Ergebnisse der thermischen Analysen stimmen daher grundsätzlich mit den Ergebnissen vorangegangener mikrostruktureller Untersuchungen (s. o.) überein. Die Umwandlungskinetik wird dabei maßgeblich durch den Ausgangszustand (AZ) (z. B. [56,58,59]) und die Umwandlungsbedingungen wie Auslagerungstemperatur oder Temperaturänderungsrate (z. B. [50,55,56]) beeinflusst. Die Ausbildung von Si-Partikeln mit unterschiedlicher Morphologie wird nochmals in den Publikationen [50,59] deutlich, in welchen transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen verschiedener Gefügestände abgebildet sind.

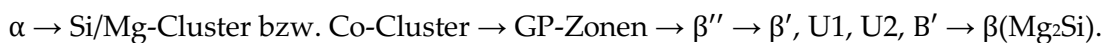
Das Ausscheidungsverhalten beim Abkühlen von Glühbehandlungen wurde bislang nur von wenigen Autoren untersucht. Hälldahl [60] untersuchte den Einfluss der Kühlrate auf die Ausscheidungsbildung an einer binären Legierung mit einem Massenanteil von 0,8 % Si mittels dynamischer Differenzkalorimetrie. Nach Glühbehandlungen bei Temperaturen $T > 550\text{ °C}$ konnten für alle untersuchten Abkühlraten keine Ausscheidungsreaktionen festgestellt werden. Selbst bei sehr langsamer Abkühlung mit 0,05 K/s geben weder Messkurven bei Abkühlung noch Messkurven bei einer anschließenden Wiedererwärmung Hinweise auf eine erfolgte Ausscheidungsbildung. Andere Feststellungen machten hingegen Lasagni et al. [59] anhand umfangreicher Gefügeuntersuchungen unterschiedlichster Wärmebehandlungszustände an einer Legierung mit höherem Si-Massenanteil ($\approx 1,7\%$). Gefügaufnahmen zeigen sowohl inkohärente, globulare Partikel als auch plattenförmige Ausscheidungen, wenn die Al-Si-Legierung im Anschluss an eine Lösungsglühung bei 540 °C mit etwa 0,33 K/s auf RT abgekühlt wurde. Bei noch langsamerer Abkühlung mit 0,05 K/s nahm die Anzahl an globularen Ausscheidungen ab, während sich ihre Größe in etwa verdoppelte. Plattenförmige Ausscheidungen konnten in diesem Zustand nur noch in einer geringen Menge festgestellt werden.

Al-Mg-Si

Der Massenanteil von Mg- und Si-Zusätzen in Al-Mg-Si-Knetlegierungen beträgt in Summe typischerweise 1 – 2 %. Das System Al-Mg-Si lässt sich durch einen quasibinären Schnitt Al-Mg₂Si als eutektisches Teilsystem darstellen, in welchem der α -MK im Gleichgewicht zur

intermetallischen Verbindung Mg_2Si (β -Phase) steht [7]. Das quasibinäre Zustandsdiagramm ist den Quellen [47,61] zu entnehmen. Es ist ebenfalls im Anhang abgebildet (Abbildung A.3). Die Phasenzusammensetzung von Mg_2Si weist ein stöchiometrisches Masseverhältnis von $\text{Mg}:\text{Si} = 1,73:1$ auf. Bei einer Temperatur von 595°C kann ein maximaler Massenanteil von 1,85 % der Gleichgewichtsphase im α -MK gelöst werden. Mit sinkender Temperatur ist eine Reduzierung der Löslichkeit festzustellen. So beträgt sie bei 325°C noch etwa 0,38 % [9], bei einer Temperatur von 200°C wird die Löslichkeit mit 0,08 % angegeben [7]. Wie zuvor beschrieben, ist die temperaturabhängige, beschränkte Löslichkeit eine Grundvoraussetzung für eine Ausscheidungshärtung. Weitere Voraussetzungen werden vom System Al-Mg-Si ebenfalls erfüllt, sodass es die Grundlage für zahlreiche aushärtbare und kommerziell genutzte Knetlegierungen darstellt. Der Entmischungsprozess des MK war bereits Gegenstand unzähliger Forschungsaktivitäten und wird weiterhin untersucht. Ein zusammenfassender Abriss über den Kenntnisstand soll nachfolgend gegeben werden und erfolgt auf Basis der Ausführungen in [7] sowie [9]. Verweise auf wesentliche Publikationen, die sich mit der Ausscheidungsfolge in Al-Mg-Si-Legierungen befasst haben, sind in diesen Werken angegeben.

Die Ausscheidungssequenz ist vergleichsweise komplex, da der Bildung der Gleichgewichtsphase β (Mg_2Si) eine Serie von metastabilen Ausscheidungen vorangehen kann, insbesondere durch die erleichterte Keimbildung und die verringerte Grenzflächen- und Verzerrungsenthalpie (Kohärenz) dieser Vorstufenphasen. Die Ausscheidungsfolge lässt sich folgendermaßen auflisten:



Nach überkritischer Abschreckung im Anschluss an eine Lösungsglühbehandlung liegen die Legierungselementatome zunächst regellos im α -MK verteilt vor. Bei Kaltauslagerung wird von der Bildung von Si-Clustern und Mg-Clustern mit eingebundenen Leerstellen bereits nach sehr kurzen Zeiten (Minuten) berichtet. Eine Auslagerung für deutlich längere Zeiten (Stunden/Tage) ist durch die Auflösung der Mg-Cluster und einer Anreicherung der Si-Cluster durch die Mg-Atome gekennzeichnet. Die sich bildenden Co-Cluster aus Si und Mg weisen keine diskrete Struktur auf. Ihre Zusammensetzung wird durch die Auslagerungsbedingungen, den Mg_2Si -Gehalt sowie vom Si-Überschuss über das stöchiometrische Verhältnis hinaus beeinflusst. Bei etwas erhöhter Auslagerungstemperatur kann die Bildung von GP-Zonen beobachtet werden, wobei sich erste Strukturunterschiede zur Al-Matrix andeuten. Die frühen Stadien des Ausscheidungsvorganges sind jedoch nicht abschließend geklärt. Insbesondere im Hinblick auf die Zusammensetzung und Struktur der Anfangsphasen sowie deren Stabilität und Umwandlungsverhalten bestehen Unsicherheiten. Zudem wird der Einfluss von Leerstellen sowie des Keimbildungsmechanismus weiter untersucht.

Bei Warmauslagerung kommt es zur Bildung feiner, nadelförmiger β'' -Ausscheidungen, welche den maximalen Festigkeitszuwachs der aushärtbaren Al-Mg-Si-Legierungen bewirken. Der Übergang vom übersättigten Zustand des α -MK zur β'' -Ausscheidung umfasst

die Bildung von Clustern und Übergangsphasen (GP-Zonen). Die nadelförmigen Partikel wachsen in $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ Richtungen der Al-Matrix und weisen entlang ihrer Nadelachse Kohärenz zu dieser auf. Mit voranschreitender Auslagerung kommt es zur Ausscheidung der teilkohärenten β' -Phase durch heterogene Keimbildung an Gitterfehlern (z. B. Versetzungen) oder durch strukturelle Umwandlung der β'' -Ausscheidungen. Die β' -Phase besitzt eine stäbchenförmige Morphologie und ist ebenfalls in $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ Richtungen der Al-Matrix ausgerichtet. Letztlich erfolgt eine Umwandlung in die Gleichgewichtsphase β mit kfz-Struktur und plattenförmiger Gestalt, welche zur Al-Matrix vollständig inkohärent ist. Neben den genannten binären Phasen wird auch von der Bildung ternärer, teilkohärenter Phasen (U1 [62], U2 [63], B' [64]) berichtet. In Legierungen mit Si-Überschuss treten zudem reine Si-Ausscheidungen in Erscheinung.

Im Gegensatz zu den nicht aushärtbaren Systemen Al-Mg und Al-Si wurde für Al-Mg-Si-Legierungen auch das Ausscheidungsverhalten beim Abkühlen nach dem Lösungsglühen intensiv untersucht. Wie in Kapitel 2.1.2 dargelegt, ist eine überkritische Abkühlung im direkten Anschluss an die Lösungsglühung erforderlich, um den übersättigten Zustand als Voraussetzung für eine möglichst effektive Festigkeitssteigerung bei nachfolgender Auslagerung zu erhalten. Die Kenntnis der Abschreckempfindlichkeit aushärtbarer Legierungen ist somit von enormer Bedeutung, um vorzeitige Ausscheidungsbildung beim Kühlen zu vermeiden. Bei der Beurteilung von Abkühlgeschwindigkeiten auf das Ausscheidungsverhalten kommt dem Verhalten von Leerstellen erneut eine wichtige Bedeutung zu. Es ist wahrscheinlich, dass sich gelöste Legierungselementatome mit diffundierenden Leerstellen zu binären Komplexen vereinigen, da nach dem Abschrecken keine freien Leerstellen nachweisbar sind [65] und eine Leerstellenkondensation zu Versetzungsringen (wie in Al-Si-Legierungen) im abgeschreckten Zustand ebenfalls nicht auftritt [7]. Als kritischer Temperaturbereich, welcher bei der Abkühlung zügig durchschritten werden muss, wird häufig der Bereich zwischen 400 °C und 290 °C angegeben [6,7,47]. Wird die kritische Kühlrate unterschritten, kommt es zur Ausscheidung der Gleichgewichtsphase und/oder ihrer Vorstufenphasen. Es ist bekannt, dass bei der Abschreckempfindlichkeit eine Abhängigkeit vom Legierungsgehalt besteht [47]. Mit zunehmendem Legierungsgehalt und Si-Überschuss sowie wachsender Anzahl an Primärphasen und Dispersoiden nimmt die Abschreckempfindlichkeit zu [7].

Der große Einfluss der Legierungszusammensetzung auf das Ausscheidungsverhalten beim Abkühlen wurde von Milkereit et al. durch Messungen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie über eine sehr große Bandbreite an Kühlgeschwindigkeiten bestätigt [66]. Die Untersuchungen einer Vielzahl an kommerziellen Al-Mg-Si-Knetlegierungen zeigen, dass die kritische Abkühlgeschwindigkeit für unterschiedliche Legierungszusammensetzungen über mehrere Größenordnungen variiert. In Abhängigkeit der Kühlgeschwindigkeit lassen sich durch die in-situ Experimente zudem mehrere Reaktionsbereiche feststellen, die sich kühlratenabhängig verschiedenen Temperaturintervallen zuordnen lassen. Bei entsprechend langsamer Abkühlung kommt es bei hohen Temperaturen zur Ausscheidung plattenförmiger

Mg₂Si-Teilchen. Die Keimbildung scheint dabei überwiegend heterogen an Fe-, Si- und Mn-haltigen Primärphasen zu erfolgen. Die Ausscheidung von Vorstufenphasen β' bzw. B' findet hingegen in tieferen Temperaturbereichen statt, wobei die Keimbildung an Dispersoiden erfolgt.

2.1.4 Modellansätze zur Beschreibung der Kinetik von Festphasenumwandlungen

Zur gezielten Einstellung von Mikrostrukturen metallischer Legierungen und daraus resultierender Materialeigenschaften bedarf es Modellbeschreibungen der Zeitabhängigkeit von Umwandlungsprozessen, d. h. zur Kinetik von Phasenumwandlungen [67]. Das übergeordnete Ziel einer makroskopischen Modellierung ist dabei stets die Beschreibung von Art und Anteil umgewandelter Phasen während einer Reaktion für beliebige Temperatur-Zeit-Profile. Der Fortschritt einer isothermen Phasenumwandlung kann beschrieben werden, indem der bereits umgewandelte Anteil f der neuen Phase als Funktion der Zeit und der Temperatur ausgedrückt wird [4]. Bei Entmischung eines übersättigten MK in der Form $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ beschreibt f das Volumen der Ausscheidungsphase β zu einer Zeit t bezogen auf das Volumen von β , welches bei der Temperatur T maximal ausgeschieden werden kann und somit nach Abschluss der Reaktion vorliegt. Daher variiert f zwischen 0 (Beginn der Reaktion) und 1 (Ende der Reaktion).

Die Kinetik isothermer Festphasenübergänge lässt sich oft durch die sogenannte Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK)-Gleichung beschreiben [68–72]. Sie basiert auf den in Kapitel 2.1.1 dargelegten Grundlagen von Phasenumwandlungen und berücksichtigt somit die zwei wesentlichen Stadien Keimbildung und Keimwachstum. In ihrer allgemeinen Form beschreibt die JMAK-Gleichung den umgewandelten Anteil einer Phase als Funktion der Zeit:

$$f = 1 - \exp\{-[k(T)t]^n\} \quad (\text{Gleichung 2.6}).$$

Der Parameter k hängt von der Keimbildungsrate und Wachstumsrate der Keime ab. Da beide Größen (\dot{N} bzw. \dot{G}) von der Temperatur T abhängen, weist auch k eine Temperaturabhängigkeit auf [4]. Der Avrami-Exponent n ist abhängig von der Art der Keimbildung und des Kristallwachstumsprozesses. Dadurch können sowohl Umwandlungsvorgänge mit heterogener Keimbildung beschrieben werden, bei denen bereits zu Beginn der Reaktion alle Keime vorliegen (site saturated nucleation), als auch solche, bei denen Kristallisationskeime während des Wachstumsprozesses fortlaufend mit einer konstanten Rate gebildet werden (homogene Keimbildung) [67]. Die allgemeine Gleichung zur Berechnung des Avrami-Exponenten n stellt sich wie folgt dar (z. B. [73,74]):

$$n = N_{\text{dim}}g + B \quad (\text{Gleichung 2.7}).$$

Hierin beschreibt N_{dim} die Dimensionalität der wachsenden Phase ($N_{\text{dim}} = 1 \dots 3$), der Parameter g bezieht sich auf den Mechanismus des Wachstumsprozesses ($g = 0,5$ für diffusionsgesteuertes bzw. $g = 1$ für lineares Wachstum) und B nimmt Bezug auf die Keimbildungsrate ($B = 0$ für den Fall von site saturation bzw. $B = 1$ für konstante Keimbildung).

Mit der JMAK-Gleichung ist es möglich, den gesamten Umwandlungsvorgang sehr genau zu beschreiben, solange die Keimbildung gleichverteilt in der Ausgangsphase erfolgt (d. h. die Wahrscheinlichkeit der Keimbildung ist im gesamten nichtumgewandelten Volumen gleich) und das Kristallwachstum isotrop sowie linear abläuft (d. h. die Grenzfläche der neuen Phase bewegt sich mit konstanter Geschwindigkeit) [4]. Derartige Randbedingungen sind für Umwandlungsprozesse, bei denen das Wachstum diffusionsgesteuert verläuft, jedoch nicht immer gegeben [75]. Tatsächlich liefert die Gleichung für viele Umwandlungsprozesse – u. a. Ausscheidungsreaktionen – nur für kleine Werte von f und somit nur für den Beginn der Reaktion eine hinreichend gute Näherung [76]. Starink zeigt in [75], dass der Grund hierfür in der fehlerhaften Berücksichtigung des Impingements, d. h. des Aneinanderstoßens umgewandelter Bereiche und deren gegenseitige Beeinflussung, liegt. Bei Bildung von Teilchen der neuen Phase verarmt die Matrix um sie herum an gelösten Atomen. Die Wahrscheinlichkeit auftretender Keimbildungsprozesse in diesen Zonen ist aufgrund der geringeren Übersättigung (treibende Kraft) in diesen Zonen deutlich kleiner als in der restlichen Matrix. Die Keimbildungsprozesse werden somit zunehmend ortsabhängig, was gegen die Bedingungen zur Anwendung der JMAK-Gleichung verstößt. Die JMAK-Theorie geht zudem davon aus, dass das Wachstum zweier Keime an gemeinsamen Grenzflächen endet, sobald die umgewandelten Phasen aneinanderstoßen (hard impingement). Der Mechanismus wird jedoch komplexer, wenn Konzentrationsgradienten (Diffusionsfelder) um die Keime herum auftreten. Sobald der Abstand der Grenzflächen benachbarter Keime abnimmt, kann es zur Überlagerung der Diffusionsfelder kommen. Der Konzentrationsgradient flacht dadurch ab, wodurch sich die Wachstumsrate des Keims lokal verringert. Auch dieser durch Diffusionsfelder hervorgerufene Effekt (soft impingement) wird von der JMAK-Gleichung nicht berücksichtigt [77].

Eine verallgemeinerte empirische Beschreibung der JMAK-Kinetik, in welcher dem Impingement-Effekt eine größere Bedeutung zukommt, präsentierten Austin und Rickett [78]:

$$f = 1 - \{[k(T)t]^n + 1\}^{-1} \quad (\text{Gleichung 2.8}).$$

Starink [75] zeigte in einem direkten Vergleich beider Funktionsansätze, dass die Austin-Rickett (AR)-Gleichung experimentelle Daten von diffusionsgesteuerten Phasenumwandlungen deutlich besser abbilden kann.

Eine angepasste Formulierung dieser klassischen Gleichungen wurde von Starink und Zahra in einer Serie von Veröffentlichungen vorgestellt und an verschiedenen diffusionsabhängigen Umwandlungsreaktionen ausführlich getestet [20,21,50,79,80]. Sie basiert ebenfalls auf den zwei wesentlichen Stadien von Phasenumwandlungen (Keimbildung und -wachstum) und führt eine alternative Beschreibung zur Berücksichtigung von Impingement ein. Für isotherme Umwandlungsprozesse stellt sich die Gleichung wie folgt dar:

$$f = 1 - \left[\frac{[k(T)t]^n}{\eta_i} + 1 \right]^{-\eta_i} \quad (\text{Gleichung 2.9}).$$

Hierin ist η_i der Impingementfaktor. Durch Anpassung dieses Parameters kann das Modell sowohl die JMAK-Gleichung ($\eta_i \rightarrow \infty$) als auch die AR-Gleichung ($\eta_i = 1$) abbilden [81]. Die Bedeutung des Impingementfaktors und der Einfluss verschiedener mikrostruktureller Gegebenheiten auf η_i werden in [74] diskutiert.

Ein weiterer großer Nachteil der JMAK- und der AR-Gleichung ist, dass nur Reaktionen abgebildet werden können, bei denen der Gleichgewichtszustand konstant ist und nicht von der Zeit abhängt. Diese Voraussetzung wird für nicht-isotherme Umwandlungen verletzt. Durch zusätzliche Anpassungen des Modells von Starink und Zahra (detaillierte Beschreibung in [79]) kann auch die Umwandlungskinetik bei nicht-isothermen Zustandsbedingungen (z. B. Erwärmen mit konstanter Rate) beschrieben werden. Dabei wird die temperaturabhängige Löslichkeit von Legierungselementatomen einbezogen und zwischen zwei unterschiedlichen Wachstumsprozessen – linearem und diffusionsgesteuertem Wachstum – unterschieden. In Kombination mit umfangreichen experimentellen Untersuchungen wurde gezeigt, dass die Modellierung sowohl isotherm [21] als auch nicht-isotherm [20,80] ablaufende Ausscheidungsprozesse in Al-Mg-Legierungen sehr gut darstellt. Das Modell wurde darüber hinaus zur Beschreibung von Ausscheidungsreaktionen unter verschiedensten Bedingungen in den Systemen Al-Si [50,79], Al-Zn [80] und Al-Cu-Mg [80] erfolgreich eingesetzt.

Für die Prognose von Werkstoffeigenschaften, die sich durch eine Wärmebehandlung und dabei aufgetretenen Festphasenumwandlungen einstellen, findet beispielsweise die Quench-Factor-Analyse (QFA) Anwendung. Diese eignet sich dazu, den Einfluss der Abkühlbedingungen nach dem Lösungsglühen auf die resultierenden Werkstoffeigenschaften (z. B. Fließgrenze) von ausscheidungshärtbaren Aluminiumlegierungen abzuschätzen. Die theoretischen Grundlagen der Methode sind ausführlich in [82] beschrieben. Das Grundprinzip der QFA besteht darin, Kenntnisse über die isotherme Umwandlungskinetik zu nutzen, um Phasenumwandlungen beim kontinuierlichen Kühlen vorauszusagen und Rückschlüsse auf resultierende Werkstoffeigenschaften zu ziehen. Unter der Annahme, dass bei verschiedenen Temperaturen ablaufende Reaktionen additiv sind, lassen sich beliebige Abkühlbedingungen durch die Aneinanderreihung vieler direkt aufeinanderfolgender isothermer Halteschritte (bei jeweils verringerter Temperatur) abbilden. Durch Addition der bei diesen isothermen Schritten umgewandelten Phasenanteile kann theoretisch der Einfluss der Temperatur auf die Umwandlung bei kontinuierlicher Kühlung berücksichtigt werden. Für kontinuierliche Abkühlbedingungen werden die Haltedauern bei isothermen Temperaturen infinitesimal klein, sodass eine integrale Beschreibung für den umgewandelten Anteil verwendet wird. Der transformierte Phasenanteil bei nicht isothermen Umwandlungsbedingungen wird als Quench-Factor Q_F bezeichnet und ergibt sich aus:

$$Q_F = \int_{t_0}^{t_f} \frac{dt}{C_t} \quad \text{(Gleichung 2.10).}$$

Dabei ist dt ein Zeitinkrement der Abkühlkurve und C_t die kritische Zeit, die notwendig ist, bis die Phasenumwandlungsreaktion unter isothermen Bedingungen einsetzt bzw. ein definierter Anteil der neuen Phase gebildet worden ist. Die Zeiten t_0 und t_f definieren den Beginn bzw. das Ende des Abkühlvorganges. Zur Abschätzung der Fließgrenze mit klassischen Ansätzen der QFA wird folgendes angenommen. Die Fließgrenze σ_f der ausgehärteten Legierung setzt sich aus zwei Anteilen zusammen, zum einen aus dem Beitrag der Matrix $\sigma_{f_{\min}}$ und zum anderen aus dem Beitrag festigkeitssteigernder Ausscheidungen $\sigma_f - \sigma_{f_{\min}}$, die beim Auslagern gebildet werden. Eine maximale Festigkeitssteigerung $\sigma_{f_{\max}} - \sigma_{f_{\min}}$ ergibt sich, wenn die Abkühlung überkritisch erfolgt (d. h. keine Ausscheidungsreaktionen beim Abkühlen ablaufen) und sämtliche gelöste Atome für die Bildung festigkeitssteigernder Teilchen beim Auslagern zur Verfügung stehen. Kommt es während der Abkühlung hingegen zur Ausscheidung grober, inkohärenter Partikel, die keinen Festigkeitsbeitrag leisten, verringert sich der zur Verfügung stehende Lösungsgehalt und die Fließgrenze der Legierung nähert sich $\sigma_{f_{\min}}$ an. Unter der Annahme, dass die Festigkeit nach Auslagerung linear vom Lösungsgehalt an Legierungselementatomen nach dem Abkühlen abhängt, kann der Einfluss der Abkühlbedingungen auf die resultierende Fließgrenze σ_f nach der Auslagerung mit der Formel

$$\frac{\sigma_f - \sigma_{f_{\min}}}{\sigma_{f_{\max}} - \sigma_{f_{\min}}} = \exp(k_1 Q_F) \quad (\text{Gleichung 2.11})$$

abgeschätzt werden. Hierin ist k_1 eine Konstante, welche sich aus dem natürlichen Logarithmus des beim Abkühlen nichtumgewandelten Phasenanteils ergibt. Die Gleichung stellt somit einen unmittelbaren Zusammenhang zwischen der Umwandlungskinetik beim Abkühlen (berücksichtigt im Quench-Factor Q_F) und den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften her. Für die erfolgreiche Anwendung einer QFA sind daher sehr genaue Kenntnisse über auftretende Phasenumwandlungen und eine präzise Modellierung der Umwandlungskinetik von Bedeutung.

Die klassische QFA beruht auf einer Reihe von Annahmen, welche die Validität der Methode stark limitieren. Rometsch et al. diskutieren in [83] die Gültigkeit der wesentlichen Annahmen, zeigen Widersprüche einiger Vereinfachungen zu experimentellen Forschungsergebnissen auf und schlagen Methoden zur Verbesserung der QFA vor. Eine grundlegende Schwachstelle sehen Rometsch et al. darin, dass die JMAK-Gleichung (Gleichung 2.6) zur Beschreibung der isothermen Umwandlungskinetik herangezogen wird, wobei in der klassischen QFA zusätzlich eine Fixierung des Avrami-Exponenten auf $n=1$ erfolgt. Staley [82] weist zwar darauf hin, dass n von der Keimbildungsrate und der Morphologie gebildeter Ausscheidungspartikel abhängt – der Avrami-Exponent findet bei der Herleitung von Gleichung 2.11 dennoch keine Anwendung. Theoretische Betrachtungen zu diffusionsabhängigen Keimbildungs- und Keimwachstumsprozessen zeigen, dass ein Avrami-Exponent $n < 1,5$ für Reaktionen, bei denen Keimwachstum durch Diffusion in drei Dimensionen (z. B. Ausscheidungsbildung im Korninnern) abläuft, nicht möglich ist (vgl. Gleichung 2.7).

Rometsch et al. verweisen dabei auf Veröffentlichungen verschiedener Autoren ([73,75,84]). Darüber hinaus können sich Diffusionsbereiche in der Umgebung von Ausscheidungen gegenseitig beeinflussen, sodass der bereits dargelegte Effekt des Impingements von Bedeutung sein kann.

Aufgrund der Beschränkungen der JMAK-Gleichung, derartige Auswirkungen einbeziehen zu können, schlagen Rometsch et al. die Verwendung des Modells von Starink und Zahra vor. Durch Anpassung von Gleichung 2.9 an die Rahmenbedingungen der QFA ergibt sich folgender Ausdruck [83]:

$$\frac{\sigma_f - \sigma_{f_{\min}}}{\sigma_{f_{\max}} - \sigma_{f_{\min}}} = \left[\frac{(-k_1 Q_F)^n}{\eta_i} + 1 \right]^{-\frac{\eta_i}{2}} \quad (\text{Gleichung 2.12}).$$

Die Gleichung berücksichtigt dabei auch, dass der Fließgrenzenbeitrag festigkeitssteigernder Teilchen keine direkte Proportionalität zu ihrem Volumenanteil aufweist. Vielmehr steigt der Festigkeitsbeitrag mit der Quadratwurzel des Ausscheidungsvolumengehaltes an. Durch Einführung des zusätzlichen Exponenten 1/2 wird somit die zweifelhafte Annahme der QFA angepasst, dass die Festigkeit des Werkstoffes linear vom Lösungsgehalt der Legierungsatome, die für eine Ausscheidungshärtung zur Verfügung stehen, abhängt.

Durch die vorgenommenen Anpassungen gelang es den Autoren, die Vorhersagegüte der QFA für verschiedene Aluminiumlegierungen deutlich zu verbessern [83]. Die erzielten Resultate stehen darüber hinaus mit den theoretischen Betrachtungen aus [73,75,84] im Einklang, sodass den Variablen eine physikalische Bedeutung zugeschrieben werden kann. Ein Avrami-Exponent von $n = 1,5$ ergibt sich beispielsweise für dreidimensionales Teilchenwachstum, solange site saturation vorliegt (Keimbildungsprozesse erfolgen nur zu Beginn der Umwandlung). Findet hingegen kontinuierliche Keimbildung statt, gilt $n = 2,5$.

Die QFA lässt sich für die Vorhersage verschiedener Werkstoffeigenschaften anwenden, die durch die Abkühlbedingungen vom Lösungsglühen beeinflusst werden. Da diese Eigenschaften stets durch den verbleibenden Anteil gelöster Legierungsatome nach dem Abkühlen bestimmt werden, kann die QFA auch direkt auf die Betrachtung der Konzentration gelöster Atome angewendet werden. Dabei ergibt sich nach [83]

$$\frac{c_K - c_{\min(T)}}{c_{\max(T)} - c_{\min(T)}} = \left[\frac{(-k_1 Q_F)^n}{\eta_i} + 1 \right]^{-\eta_i} \quad (\text{Gleichung 2.13}).$$

Anstelle der Fließspannungsbeträge, welche sich auf die Entwicklung der Festigkeit beim nachfolgenden Auslagern beziehen, finden somit Konzentrationsunterschiede Verwendung, die sich durch die Änderung der Temperatur beim Abkühlen ergeben. Der Parameter c_K gibt dabei den Atomgehalt an, der nach vollständiger Abkühlung auf RT in Lösung verbleibt. Die Gleichgewichtslöslichkeit beim Lösungsglühen (und somit die maximal gelöste Fremdatomkonzentration unmittelbar vor Beginn der Abkühlung) wird durch $c_{\max(T)}$ ausgedrückt. Letztlich beschreibt $c_{\min(T)}$ die Gleichgewichtslöslichkeit in Abhängigkeit der Temperatur.

2.2 Verformungsverhalten von Aluminiumlegierungen

2.2.1 Grundlagen plastischer Verformung

Die grundlegenden Mechanismen plastischer Verformung metallischer Werkstoffe sind in der Literatur ausführlich dokumentiert. In den nachfolgenden Kapiteln 2.2.1 – 2.2.3 wird ein komprimierter Abriss der Grundlagen gegeben und auf die wesentlichen Einflussgrößen auf die Festigkeitseigenschaften von Aluminiumlegierungen eingegangen. Die Ausführungen stützen sich dabei auf die Beschreibungen in [1,3,7,85–88]. Über das fundamentale Wissen hinausgehende Textstellen werden durch zusätzliche Literaturangaben gekennzeichnet.

Versetzungsbewegung

Die plastische Verformung eines metallischen Werkstoffes bewirkt eine irreversible Verschiebung benachbarter Atomschichten. Der mikroskopische Mechanismus der plastischen Verformung besteht in einem Wandern von Versetzungen, welche sich unter Wirkung einer hinreichend großen Schubspannung τ_{krit} auf definierten kristallografischen Ebenen und entlang bevorzugter Richtungen bewegen.⁴ Die Versetzungsbewegung hat ein Abgleiten der Gitterebenen zur Folge. Die für eine Versetzungsbewegung erforderliche Schubspannung stellt ein Maß für die Festigkeit, d. h. den Verformungswiderstand, des Werkstoffes dar. Die notwendige Schubspannung τ_{krit} weist in kristallografischen Ebenen mit dichtester Atombelegung die geringsten Werte auf. Die Versetzungsbewegung erfolgt daher vorzugsweise in diesen als Gleitebenen bezeichneten Gitterebenen und längs dichtest besetzter kristallografischer Richtungen (Gleitrichtungen). Gleitebenen mit ihren Gleitrichtungen werden als Gleitsysteme bezeichnet. Das plastische Verformungsverhalten metallischer Werkstoffe wird ganz wesentlich durch die Anzahl und die Belegungsdichte der vorliegenden Gleitsysteme bestimmt. Aluminium und seine Legierungen weisen eine kfz-Gitterstruktur auf, in welcher das Abgleiten entlang von vier Gleitebenen der Art $\{111\}$ erfolgen kann. In jeder dieser Gleitebenen existieren drei voneinander unabhängige Gleitrichtungen der Art $\langle 110 \rangle$, sodass ein kfz-Kristall insgesamt 12 voneinander unabhängige Gleitsysteme besitzt. Die Gleitebenen zeichnen sich darüber hinaus durch eine größtmögliche atomare Belegungsdichte aus, sodass die plastische Verformbarkeit kfz-Metalle solchen mit anderer Gitterstruktur überlegen ist.

Das Gleiten von Versetzungen ist in den Ebenen möglich, die ihren Burgersvektor \bar{b} enthalten. Bei Stufenversetzungen stehen Burgersvektor und Versetzungslinie senkrecht zueinander, sodass die Gleitebene eindeutig festgelegt ist. Für Schraubenversetzungen, bei denen \bar{b} parallel zur Versetzungslinie liegt, ist die Bewegungsrichtung nicht eindeutig festgelegt. Durch sogenanntes Quergleiten können Schraubenversetzungen ihre ursprüngliche Gleitebene verlassen und auf einer parallelen Ebene in der ursprünglichen Richtung weitergleiten. Das Gleitverhalten ist dabei stark von der Stapelfehlerenergie des Metalls abhängig. Stapelfehler können beispielsweise durch Versetzungsreaktionen erzeugt werden, bei denen sich die

⁴ gilt für $T/T_S < 0,4$ (T_S : absolute Schmelztemperatur)

Versetzungen in Teilversetzungen aufspalten. Metalle mit geringer Stapelfehlerenergie weisen eine große Aufspaltungsweite der Teilversetzungen (Breite des Stapelfehlers) auf. Dies erschwert ein Quergleiten von Schraubenversetzungen, sodass sich Versetzungen im Wesentlichen nur auf ihren bevorzugten Gleitebenen bewegen. Bei Werkstoffen, die ein solches planares Gleitverhalten aufweisen, können Versetzungshindernisse in der Gleitebene nur durch entsprechend hohe Schubkräfte überwunden werden. Die Versetzungsdichte in den aktivierten Gleitebenen erhöht sich dabei und bewirkt eine starke Verfestigungswirkung (siehe nachfolgender Abschnitt). Aluminium hat von allen wichtigen metallischen Grundwerkstoffen die höchste Stapelfehlerenergie. Daher zeigt unlegiertes Aluminium ein sehr ausgeprägtes Quergleitverhalten, was sich wiederum in einem geringen Verfestigungsvermögen ausdrückt. Zwar ist bekannt, dass substitutionell gelöste Legierungselementatome die Stapelfehlerenergie in kfz-Metallen reduzieren können. Für Aluminium-Knetlegierungen mit ihren üblicherweise geringen Legierungszusätzen wird dieser Tatsache jedoch keine wesentliche Bedeutung zugeschrieben [89,90].

Versetzungsreaktionen

Abgesehen von der eigentlichen Versetzungsbewegung kommt es bei der plastischen Verformung auch zur Erzeugung einer großen Anzahl neuer Versetzungen. Mit zunehmendem Verformungsgrad erhöht sich somit die Versetzungsdichte ρ (Gesamtlänge aller Versetzungslinien pro Volumeneinheit) im Kristall. Quellen für die Versetzungsmultiplikation bei der Verformung stellen beispielsweise innere Grenzflächen des Kristalls, wie Korngrenzen und Phasengrenzen, sowie verankerte Versetzungen (Frank-Read-Quellen) dar. Der Anstieg der Versetzungsdichte führt zu einer zunehmenden gegenseitigen Behinderung der Versetzungsbewegungen, da es bei plastischer Verformung zu Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen selbst kommt.

Versetzungen stellen linienförmige Gitterstörungen dar und führen zu einer elastischen Verzerrung des umgebenen Raumgitters. Die aufgebauten Spannungsfelder verschiedener Versetzungen können sich überlagern und aufeinander einwirken. Während sich entgegengesetzt gerichtete Versetzungen anziehen, stoßen sich Versetzungen mit gleichem Vorzeichen aufgrund ihrer gleichartigen Spannungsfelder ab. Liegen Versetzungen auf parallelen Gleitebenen, muss das sie umgebende Spannungsfeld überwunden werden, um eine weitere Versetzungsbewegung zu ermöglichen. Hierzu muss ein zusätzlicher Schubspannungsbetrag aufgebracht werden. Bewegen sich zwei entgegengesetzte Stufenversetzungen auf derselben Gleitebene, können sie sich dagegen auslöschen (annihilieren). Die Überlagerung ihrer Spannungsfelder führt zu einer Anziehungskraft, sodass sich die zugehörigen Halbebenen zu einer vollständigen Kristallebene vereinen können und die Versetzungen verschwinden. Das Auslöschen der Versetzungen ungleichen Vorzeichens wirkt somit entfestigend, da die Versetzungsdichte reduziert und die innere Energie des Kristallgitters (elastische Verzerrung) verringert wird. Tritt eine derartige Versetzungskonfiguration in wenig voneinander

entfernten Gleitebenen auf, kann ein Versetzungsdipol entstehen, durch welchen sich zumindest das umgebende Spannungsfeld abschwächt.

Eine weitere Behinderung für die Versetzungsbewegung stellen sogenannte Waldversetzungen dar, welche die Gleitebene durchstoßen. Die gleitende Versetzung kann sich mit diesen nicht in der Gleitebene liegenden Waldversetzungen verhaken oder sie durchschneiden. Beim Schneidvorgang kommt es zur Verlagerung der Versetzungslinien beider Versetzungen, sodass ein Versetzungssprung mit Stufencharakter erfolgt. Durchschneiden Gleitversetzungen einen Versetzungswald, bilden sich zahlreiche Sprünge, sodass einerseits die Versetzungsdichte erhöht wird. Gleichzeitig üben die Sprünge eine hemmende Wirkung auf die Bewegungsfähigkeit der Versetzung aus. Durch ablaufende Versetzungsreaktionen können mobile Versetzungen letztlich unbeweglich werden.

Plastische Verformung polykristalliner Werkstoffe

Im ersten Abschnitt dieses Kapitels wurde die kritische Schubspannung τ_{krit} eingeführt, welche zur Aktivierung eines Gleitsystems innerhalb eines Korns aufgebracht werden muss. Betrachtet man das plastische Verformungsverhalten eines Einkristalls, kann die Gleitung über die Aktivierung lediglich eines Gleitsystems ablaufen (Einfachgleitung). Das Verformungsverhalten lässt sich dabei über eine idealisierte Verfestigungskurve (Schubspannungs-Abgleichungs-Kurve) charakterisieren. In realen, polykristallinen Werkstoffen weisen die einzelnen Kristallite bzw. Körner jedoch unterschiedliche Orientierungen zur äußeren Beanspruchung auf. Bei Übertragung der Grundvorgänge der plastischen Verformung im Einkristall auf polykristalline Werkstoffe müssen daher die unterschiedliche Orientierung der Körner und die Rolle der Korngrenzen einbezogen werden.

Die Deformation erfolgt anfänglich in einzelnen, zur Beanspruchungsrichtung günstig orientierten Körnern (mikroplastische Deformation). Bei makroplastischer Deformation kann die Verformung im polykristallinen Verband hingegen nicht mehr nur auf einzelne Körner beschränkt bleiben, da der Zusammenhalt der Kristalle entlang ihrer Korngrenzen sichergestellt werden muss. Die Korngrenzen stellen dabei unüberwindbare Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar, da die Gleitrichtungen in benachbarten Körnern anders orientiert und gewöhnlich nicht parallel zueinander sind. Da eine Abgleitung entlang der Gleitrichtung in das Nachbarkorn nicht möglich ist, kommt es zur Aufstauung von Versetzungen an den Korngrenzen. Die dadurch hervorgerufene innere Spannung wirkt in das zunächst unverformte Nachbarkorn hinein und erhöht die dort wirksame Schubspannung in dessen Gleitsystemen. Da die Formänderung benachbarter Körner aufeinander abgestimmt werden muss (Formänderungskompatibilität), müssen die Kristallite zu beliebigen Formänderungen fähig sein. Für solche Anpassungsverformungen der aneinander gekoppelten, jedoch beliebig orientierten Körner ist es notwendig, in jedem Korn mindestens fünf voneinander unabhängige Gleitsysteme zu betätigen (Mehrfachgleitung). Erst bei plastischer Verformung aller Körner des Vielkristalls ist die erforderliche Spannung erreicht, welche zu einer makroskopischen plastischen Verformung führt.

Für eine nachfolgende Betrachtung von Einflussgrößen auf die Festigkeitseigenschaften von Aluminiumlegierungen ist es daher zweckdienlich, die Fließspannung σ_F einzuführen. Die Fließspannung beschreibt die zum Einsetzen und Aufrechterhalten des plastischen Fließens erforderliche Spannung. Für die Berechnung der Fließspannung aus der kritischen Schubspannung τ_{krit} muss in einem isotropen, polykristallinen Material berücksichtigt werden, dass die Kristallorientierung der Körner im Allgemeinen regellos ist. Unter der Annahme gleicher Häufigkeit aller Kornorientierungen zur äußeren Beanspruchung ergibt sich die Fließspannung des Vielkristalls mit dem Taylorfaktor M aus folgender Gleichung:

$$\sigma_F = M \tau_{\text{krit}} \quad (\text{Gleichung 2.14}).$$

Für Metalle mit kfz-Gitterstruktur kann ein Faktor $M = 3,06$ angenommen werden [91]. Das Verformungsverhalten polykristalliner Werkstoffe erfasst man üblicherweise durch Spannungs-Dehnungs-Kurven, welche unter einachsiger Beanspruchung aufgenommen werden.

2.2.2 Einfluss der Mikrostruktur auf das Fließverhalten von Aluminiumlegierungen

Die Festigkeitseigenschaften bei (quasi)statischer Beanspruchung und daraus resultierend das plastische Verformungsverhalten von Aluminiumlegierungen wird durch Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge bestimmt, welche entscheidend von der Legierungszusammensetzung und dem mikrostrukturellen Zustand des Werkstoffes beeinflusst werden. Das Fließverhalten wird dabei maßgeblich durch die Beweglichkeit der Versetzungen im Kristallgitter bestimmt.⁵ Eine Steigerung der Festigkeit lässt sich erzielen, indem der Widerstand gegen Versetzungsbewegungen erhöht wird. Das Gitter muss hierzu mit wirksamen Versetzungshindernissen angereichert werden. Als Hindernisse kommen verschiedene Gitterfehler wie Hindernisversetzungen, Korngrenzen, im Gitter gelöste Fremdatome sowie Teilchen in Betracht. Die zugrunde liegenden Mechanismen der Verfestigung durch die unterschiedlichen Hindernisarten und ihre Effektivität, den Widerstand gegen plastische Verformung zu erhöhen, werden in diesem Kapitel diskutiert.

Versetzungsverfestigung / Verformungsverfestigung

Es wurde bereits beschrieben, dass Versetzungen aufgrund der von ihnen hervorgerufenen elastischen Spannungsfelder miteinander wechselwirken und Hindernisse füreinander darstellen. Die erforderliche Fließspannung steigt daher mit zunehmender Versetzungsdichte an. Die Verfestigung des Materials ist auf die Entstehung bewegungsbehindernder Versetzungsanordnungen zurückzuführen, welche bei plastischer Deformation durch unterschiedliche Versetzungsreaktionen gebildet werden. Dieser als Versetzungsverfestigung bezeichnete Mechanismus ist der Grund dafür, dass die Fließkurve von Metallen im elastisch-plastischen Bereich ansteigt (siehe Kapitel 2.2.4).

⁵ gilt für $T/T_S < 0,4$ (T_S : absolute Schmelztemperatur)

Die Erhöhung der Fließgrenze durch die Hindernisversetzungen lässt sich mit der Taylor-Gleichung

$$\Delta\sigma_{FV} = Mk_V Gb\sqrt{\rho} \quad (\text{Gleichung 2.15})$$

abschätzen, wobei bereits der Taylorfaktor M einbezogen wurde, um die Schubspannung auf eine Normalspannung bei einachsiger Beanspruchung umzurechnen. In die Gleichung geht eine werkstoffabhängige Konstante k_V , der Schubmodul G und die Länge des Burgersvektors b als feste Größen ein. Der Festigkeitsanstieg ist somit proportional zum Quadratwurzelwert der Versetzungsdichte. Dieser Zusammenhang gilt sowohl für die Hinderniswirkung paralleler Versetzungslinien als auch für die Hinderniswirkung von Waldversetzungen. Die Beiträge zur Verfestigung werden durch die Größenordnung des Koeffizienten k_V bestimmt.

Aufgrund der Zunahme der Versetzungsdichte und weiter voranschreitender Versetzungsbewegung kommt es zur Verankerung der Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitsystemen. Die Versetzungsanordnung ist dabei zunächst relativ gleichmäßig über das Kristallvolumen verteilt. Mit zunehmender Versetzungsdichte streben die Versetzungen einer energieärmeren Anordnung entgegen, was durch Bildung einer Zellstruktur (Versetzungszellen) erreicht wird. Die Versetzungsanhäufungen (Zellwand) bilden dabei räumliche Strukturen, welche kleine, versetzungsarme Kristallbereiche (Zellinneres) einschließen. Die Versetzungsumordnung reduziert die elastische Verspannung des Gitters, da sich die Spannungsfelder der Versetzungen durch die Konzentration in den Zellwänden teilweise aufheben. Durch Annihilation von Versetzungen vermindert sich zudem die Versetzungsdichte, woraus eine Abnahme der Versetzungsverfestigung resultiert. Da der Vorgang bereits während der plastischen Verformung ablaufen kann, wird er als dynamische Erholung oder dynamische Entfestigung bezeichnet. Dem weiterhin ablaufenden Verfestigungsprozess überlagert sich somit ein entfestigender Erholungsvorgang, was sich makroskopisch durch eine abnehmende Verfestigungsrate mit zunehmendem Verformungsgrad ausdrückt.

Eine Grundvoraussetzung für die Versetzungsanordnung in Zellstrukturen ist das Quergleiten von Schraubenversetzungen. Das Vermögen eine Zellstruktur ausbilden zu können, wird daher wesentlich durch die Stapelfehlerenergie des Gitters und somit durch die Fähigkeit zum Quergleiten beeinflusst. Die Behinderung von Quergleitung (planares Gleitverhalten) verzögert die Bildung von Zellstrukturen oder verhindert sie gänzlich. Durch das ausgeprägte Quergleitverhalten von Aluminiumlegierungen setzen Entfestigungsprozesse unter Bildung von Versetzungszellen bereits bei geringen Verformungsgraden ein. Die Erscheinungsform der Zellstruktur, d. h. Größe, Verteilung und Orientierung der Versetzungszellen sowie Dicke der Zellwände, hängt neben der Legierungszusammensetzung auch vom Umformgrad und der Umformtemperatur ab. Zunehmende plastische Verformung reduziert den Zelldurchmesser und führt zu einer größeren Versetzungsdichte in den Zellwänden. Bei erhöhter Umformtemperatur nimmt die Zellwanddicke zu, gegebenenfalls bis zur Ausbildung scharfer Subkorn Grenzen. Für Aluminiumlegierungen betragen die Durchmesser der Subkörner

typischerweise wenige μm . Benachbarten Zellen weisen dabei in der Regel nur geringe Orientierungsunterschiede bis maximal 15° auf, sodass Subkorn Grenzen auch als Kleinwinkelkorn Grenzen bezeichnet werden. [6,7]

Korngrenzenverfestigung / Feinkornhärtung

Auf die Bedeutung von Korngrenzen als nichtüberwindbare Hindernisse bei der plastischen Verformung polykristalliner Werkstoffe wurde bereits hingewiesen. Die Gleitebenen der Versetzungen enden an den Korngrenzen, sodass es zu einem Aufstau von Versetzungen an den Korngrenzen kommt. Aufgrund der langen Wegstrecke, die Versetzungen in einem grobkörnigen Gefüge zurücklegen können, erhöht sich bei großer Korngröße d_K die Anzahl der am Aufstau beteiligten Versetzungen. Zugleich vergrößern sich die von ihnen hervorgerufenen Spannungen im Gitter. Durch die hohen lokalen Spannungen bei grobem Korn wird die Abgleitung von Versetzungen in benachbarten Körnern erleichtert, da sich die dort wirksame Schubspannung in den Gleitsystemen erhöht. In einem feinkörnigen, korngrenzenreichen Gefüge wirken die Korngrenzen hingegen zunehmend als Barrieren für die Versetzungsbewegung und die Initiierung von Versetzungsbewegungen im Nachbarkorn wird erschwert. Die Festigkeit von metallischen Werkstoffen steigt demnach mit abnehmender Korngröße. Der Fließgrenzenbeitrag durch Korngrenzenverfestigung ist umgekehrt proportional zur Wurzel der Korngröße d_K und lässt sich mit der Proportionalitätskonstante k_{HP} über die Hall-Petch-Beziehung abschätzen:

$$\Delta\sigma_{FK} = \frac{k_{HP}}{\sqrt{d_K}} \quad (\text{Gleichung 2.16}).$$

Die Hall-Petch-Konstante k_{HP} ist in weiten Grenzen vom Verformungsgrad, von der Temperatur und von der Dehngeschwindigkeit unabhängig [92] und bestimmt die Abhängigkeit der Fließspannung von der Korngröße. Für Aluminium und seine Legierungen zeigt sich eine sehr geringe Korngrößenabhängigkeit, was erneut auf das ausgeprägte Quergleitverhalten zurückzuführen ist. In [6] wird für Reinaluminium Al99,99 bei 20°C eine Hall-Petch-Konstante von $k_{HP} = 68 \text{ MPa } \mu\text{m}^{1/2} \approx 2 \text{ MPa mm}^{1/2}$ angegeben. Auf einen sehr ähnlichen Wert von $k_{HP} \approx 2,17 \text{ MPa mm}^{1/2}$ kommen Kovács-Csetényi et al. [93]. Hansen [94] ermittelte einen etwas geringeren Wert und zeigte zudem, dass Unreinheiten in Aluminiumlegierungen kaum Einfluss auf die Verfestigungswirkung der Korngrenzen haben (Al99,999: $k_{HP} \approx 1,27 \text{ MPa mm}^{1/2}$ / Al99,5: $k_{HP} \approx 0,78 \text{ MPa mm}^{1/2}$). Die vergleichsweise geringe Verfestigungswirkung der Korngrenzen in Aluminium geht auch aus der Veröffentlichung [95] von Wyrzykowski und Grabski hervor, in welcher die Hall-Petch-Konstanten von Aluminium bei RT aus zahlreichen Publikationen unter Angabe experimenteller Details aufgelistet sind. Anhand der Ergebnisse von Hansen [94] wird außerdem deutlich, dass die Korngröße keinen nennenswerten Einfluss auf die Verformungsverfestigung, d. h. auf die Spannungszunahme mit ansteigender Dehnung, besitzt. Zu beachten ist jedoch, dass ausgebildete Subkornstrukturen, die bei großen Umformgraden auftreten, die Festigkeit entsprechend der Hall-Petch-

Beziehung beeinflussen können [7,95]. Letztlich ist zu erwähnen, dass Körner infolge einer starken plastischen Verformung eine bevorzugte Orientierung einnehmen können. Das Korngefüge kann somit unter Bildung einer Verformungstextur zu anisotropen mechanischen Eigenschaften führen, was bei der Prüfung von Werkstoffzuständen beachtet werden muss.

Mischkristallverfestigung

Eine erschwerte Versetzungsbewegung wird auch durch das Zulegieren von Fremdatomen bewirkt, die sich im Kristallgitter lösen und einen MK bilden. Die Hinderniswirkung interstitiell gelöster oder substituierter Atome beruht im Wesentlichen auf einer elastischen Verzerrung des Kristallgitters, welche mit den von Versetzungen hervorgerufenen Spannungsfeldern wechselwirkt. Die Hinderniswirkung in Substitutionsmischkristallen (typisch für Aluminiumlegierungen) lässt sich in einen Atomgrößeneffekt, welcher der Änderung des Gitterparameters durch die Fremdatomkonzentration proportional ist, und einen Moduleffekt unterteilen, der die Änderung des Schubmoduls aufgrund gelöster Fremdatome berücksichtigt. Die Festigkeitssteigerung durch MK-Bildung fällt umso höher aus, je größer die Radiendifferenz der beteiligten Atome ist. Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass mögliche Unterschiede in den Atomradien der Lösungspartner begrenzt sind. Bei Differenzen von mehr als $\pm 15\%$ wird die Löslichkeit im festen Zustand vernachlässigbar gering [1]. Der erzielbare Verfestigungseffekt lässt sich über folgende Gleichung abschätzen:

$$\Delta\sigma_{\text{FMK}} = Mk_{\text{MK}}Gc^n \quad (\text{Gleichung 2.17}).$$

Die spezifische Verfestigungswirkung einer Atomart infolge des Atomgrößen- und Schubmodulunterschiedes wird durch den Faktor k_{MK} einbezogen. Die Fließspannungserhöhung nimmt mit der Fremdatomkonzentration in Lösung c zu. Es bestehen unterschiedliche theoretische Betrachtungen zur MK-Härtung in kfz-Metallen, wonach der Exponent n Werte zwischen 0,5 und 0,75 annimmt [96–100].

Der Einfluss von gelösten Si-Atomen auf die Fließspannung wurde bisher nur von wenigen Autoren untersucht. Der Grund hierfür liegt überwiegend in der begrenzten Löslichkeit von Si im Al-Gitter (vgl. Kapitel 2.1.3), die keine nennenswerte Festigkeitssteigerung durch MK-Bildung zulässt. Technische Aluminium-Knetlegierungen weisen meist nur geringe Si-Zusätze von einigen 0,1 – 1 ma.% auf. Von den Si-Atomen verbleibt zudem nur eine geringe Menge in Lösung, da Si-Atome z. B. in Verbindung mit Fe als Primärphasen ausgeschieden werden oder andere Ausscheidungen während nachfolgender Wärmebehandlungen bilden. Die geringe Verfestigungswirkung von Si ist auch auf die geringe Atomradiendifferenz von $r_{\text{Si}} - r_{\text{Al}} = -0,0054 \text{ nm}$ zurückzuführen, die eine Verringerung der Gitterkonstante von Al um lediglich $-0,18 \text{ pm}$ je 1 at.% Si bewirkt [5].

Rønning et al. [101] führten sowohl Torsionsversuche als auch einachsige Stauchversuche an binären Al-Si-Legierungen mit unterschiedlichen Legierungsgehalten durch. Ein Zulegieren von Si mit Massenanteilen von 0,5 % bzw. 1 % bewirkte eine sehr begrenzte Zunahme der Fließgrenze im Vergleich zu kommerziell reinem Aluminium (AA1050) bei verschiedenen

Prüfbedingungen (Variation von Temperatur und Dehngeschwindigkeit). Die MK-Verfestigung von Al-Si-Legierungen bei RT wurde auch von Zhao et al. [102] untersucht. Als mechanisches Prüfverfahren wurden herkömmliche Zugversuche eingesetzt. Der Lösungsgehalt von Si wurde dabei zwischen 0,03 % und 0,43 % variiert, wobei alle untersuchten Zustände auch einen Massenanteil von 0,15 % Fe aufwiesen. Die Untersuchungen zeigten, dass die Fließgrenze mit steigender Fremdatomkonzentration nahezu linear ansteigt ($n = 1$). Mit dieser Annahme wurde eine Fließspannungserhöhung von 7,6–12,6 MPa/at.% ermittelt. Aus einer umfassenden Studie von Akeret [103] wird anhand von Relativwerten der Fließgrenze deutlich, dass eine Fließspannungserhöhung durch gelöstes Mg effektiver ist als durch gelöste Si-Atome. Der Festigkeitssteigerung durch gelöste Mg-Atome ist in Untersuchungen der Vergangenheit daher deutlich mehr Aufmerksamkeit zugekommen.

Knetlegierungen auf Al-Mg-Basis haben große technische Relevanz und zählen zur Gruppe der naturharten, nicht aushärtbaren Legierungen (vgl. Kapitel 2.1.3). Die Festigkeitseigenschaften von Al-Mg-Legierungen werden wesentlich durch den in Lösung vorliegenden Mg-Gehalt bestimmt [7]. Wie in Kapitel 2.1.3 beschrieben, ist die Löslichkeit von Mg im Al-Gitter auch bei RT sehr hoch. Zudem stellt sich aufgrund der trägen Ausscheidungskinetik leicht ein Zustand der Übersättigung ein, welcher selbst bei langandauernder thermischer Behandlung recht stabil ist. Für die effektive Festigkeitssteigerung spielt darüber hinaus der Größenunterschied der Atomradien $r_{\text{Mg}} - r_{\text{Al}} = +0,0169 \text{ nm}$ eine Rolle [5]. Im Vergleich zu gelöstem Si kommt es somit zu einer deutlich größeren lokalen Gitterverzerrung in der Umgebung substitutionell gelöster Mg-Atome. Theoretische Berechnungen [104,105] weisen darauf hin, dass der Verfestigungseffekt von Mg aufgrund der größeren Atomradiendifferenz zu Al und eines größeren Moduleffektes im Vergleich zu gelöstem Si erheblich höher ist.

Auch experimentelle Ergebnisse zeigen diesen Zusammenhang sehr deutlich. Eine umfassende systematische Untersuchung zum Einfluss von Legierungszusammensetzung und Wärmebehandlung wurde von Falkenstein et al. [106] veröffentlicht. Dabei wurden Al-Mg-Legierungen mit Massenanteilen von 1–5 % Mg in Abstufungen von jeweils 1 % untersucht. Die Werkstoffe wurden vor der Durchführung von Zugversuchen rekristallisierend geglüht, um gleiche Korngrößen einzustellen. Die Versuche zeigten eine nahezu lineare Zunahme der Fließgrenze σ_f von etwa 35 MPa (1 ma.% Mg) bis 95 MPa (5 ma.% Mg), was einer Fließspannungserhöhung von 15 MPa/ma.% entspricht.

Eine vergleichbare Studie zum Einfluss des gelösten Mg-Anteils auf die Fließgrenze wurde von Mukai et al. [107] veröffentlicht. Dabei wurden die Festigkeitseigenschaften von hochreinen, binären Al-Mg-Legierungen mit Massenanteilen zwischen 2 % und 8 % durch Zugversuche experimentell charakterisiert und mit den Eigenschaften von Reinaluminium (Al4N8) verglichen. Ein erhöhter Mg-Gehalt in Lösung bewirkt einen deutlichen Anstieg der Fließgrenze. Anwendung von Gleichung 2.17 auf die experimentellen Ergebnisse lieferte einen Wert von $n = 1$ sowie eine Fließspannungserhöhung von etwa 14,3 MPa/at.%. Die Fließspannungserhöhung lässt sich somit durch eine lineare Funktion der Mg-Konzentration annähern,

was mit den Ergebnissen aus [106] korreliert. Ein direkter Vergleich mit den Ergebnissen aus [102] zeigt, dass gelöstes Mg bei RT eine größere Verfestigungswirkung erzielt als Si in selber Menge.

Diese Erkenntnisse wurden später durch weitere experimentelle Ergebnisse von Ryen et al. [108] unterstützt. Dabei wurden sowohl Legierungen mit geringeren Mg-Gehalten zwischen 0,5 und 3 ma.% (zusätzlich geringe Mengen an Fe und Si) als auch die kommerzielle Legierung AA5182 mit höherem Mg-Anteil von 4,5 ma.% und einem Mn-Gehalt von 0,27 % untersucht. In dieser Studie wurden die Mikrostrukturen der Legierungen ebenfalls so eingestellt, dass die Korngrößen vergleichbare Werte aufwiesen. Erneut zeigte sich ein nahezu linearer Anstieg der Fließgrenze mit steigender Mg-Konzentration in Lösung ($n \approx 1$) und mit 12,1 MPa/at.% ein Fließspannungsanstieg in ähnlicher Größenordnung wie in [106,107].

Untersuchungen an hochreinen, binären Al-Mg-Legierungen mit ähnlicher Variation der Fremdatomkonzentration wurden von Jobba et al. [109] vorgenommen. Die Korngrößen aller Legierungen lagen im Bereich von 40 μm . Erneut zeigte sich eine nahezu lineare Zunahme der Fließgrenze. Es wurde jedoch ein etwas größerer konzentrationspezifischer Fließspannungsanstieg von etwa 18 MPa/at.% ermittelt.

Bislang wurde die direkte Hinderniswirkung gelöster Fremdatome in Bezug auf den Widerstand gegen einsetzende plastische Verformung betrachtet. Es ist jedoch bekannt, dass Fremdatome auch andere Verfestigungsmechanismen signifikant beeinflussen können und somit indirekt zu einer Änderung der Festigkeitseigenschaften beitragen. Ein eindeutiger Zusammenhang besteht zwischen der Festigkeitssteigerung durch MK-Bildung und der Versetzungsverfestigung. Aus experimentellen Untersuchungen geht hervor, dass sowohl gelöste Si-Atome [102] als auch gelöstes Mg [106,108,110] die Verformungsverfestigung steigert. Der Einfluss von Si-Fremdatomen bei RT geht eindrucksvoll aus einem Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Diagrammen hervor [102], in denen sich ein größerer Anstieg der Fließspannung mit ansteigendem Si-Gehalt zeigt. Ein Vergleich der Fließspannung bei unterschiedlichen Dehnungsbeträgen macht zudem deutlich, dass die Fließspannung bei größeren Dehnungen deutlich stärker mit dem Si-Gehalt ansteigt, als die Fließgrenze. Zhao et al. weisen darauf hin, dass die erforderliche Fließspannung ab einer wahren Dehnung von etwa $\varphi = 0,025$ mit den Trendlinien von Al-Mg aus [108] übereinstimmt. Dies deutet an, dass die Verfestigungsraten von Al-Si bei kleinen Dehnungen größer sind als bei Al-Mg und sich die Fließspannungen beider Legierungssysteme bei großen Dehnungen nicht mehr unterscheiden. Gelöste Si-Atome scheinen daher einen größeren Einfluss auf die Verformungsverfestigung auszuüben. Beachtet werden sollte dabei jedoch, dass für den

Vergleich Versuchsergebnisse herangezogen werden, die aus Experimenten mit unterschiedlichen Dehngeschwindigkeiten resultieren ($\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ in [102], $\dot{\epsilon} = 6 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ in [108]).⁶

Die Ergebnisse aus [108] zeigen dennoch, dass auch gelöstes Mg die Versetzungsverfestigung bei RT in erheblichem Maß steigert. Bereits die dargestellten Spannungs-Dehnungs-Kurven verschiedener Al-Mg-Legierungen machen deutlich, dass gelöstes Mg neben einer Fließgrenzenerhöhung auch eine Fließspannungszunahme mit steigender Dehnung bewirkt. Deutlich geht dieser Zusammenhang auch aus Trendlinien hervor, welche die Fließspannungen bei verschiedenen Dehnungsbeträgen in Abhängigkeit des Mg-Anteils darstellen. Während die Fließgrenze um etwa 12,1 MPa/at.% ansteigt, wird für einen Dehnungsbetrag von $\varphi = 0,2$ eine Fließspannungserhöhung von 47,7 MPa/at.% angegeben.

Bei den Untersuchungen von Falkenstein et al. [106] und Yanagawa et al. [110] wird der Effekt von gelöstem Mg auf die Versetzungsverfestigung deutlich, sobald die ermittelten Werte für Fließgrenze und Zugfestigkeit verschiedener Legierungen verglichen werden. In beiden Veröffentlichungen zeigt die Zugfestigkeit eine nahezu lineare, jedoch im Vergleich zur Fließgrenze erheblich größere Zunahme mit steigendem Mg-Gehalt, was nur durch eine effektivere Verformungsverfestigung erklärt werden kann. Gelöste Legierungselemente unterdrücken demnach die dynamische Entfestigung während der plastischen Verformung. Der Fremdatomanteil in Lösung hat außerdem einen Einfluss auf die Effektivität der Korngrenzenverfestigung. Nach [7] bewirken insbesondere Mg-Zusätze eine erhöhte Korngrößenabhängigkeit. Die Hall-Petch-Beziehung zwischen Fließgrenze und Korngröße für verschiedene binäre Al-Mg-Legierungen sind in [111] dargestellt. Dabei zeigte sich, dass die Korngrößenabhängigkeit der Fließgrenze mit steigendem Mg-Gehalt etwas zunimmt. Bei höher legiertem Material ist eine Fließgrenzenerhöhung durch feines Korn somit größer als bei niedriglegierten Werkstoffen. Für die Legierung AlMg5 kann eine Hall-Petch-Konstante von $k_{\text{HP}} \approx 4 \text{ MPa mm}^{1/2}$ abgeleitet werden. Die Hall-Petch-Beziehung ist jedoch nahezu unabhängig vom Dehnungsbetrag, wie Experimente von Lloyd et al. [112] zeigen. Die Verformungsverfestigung wird somit kaum von der Korngröße beeinflusst, was auch für Reinaluminium beobachtet wurde [94].

Teilchenverfestigung

Bei Erläuterung der Grundprinzipien des Ausscheidungshärtens (Kapitel 2.1.2) wurde bereits beschrieben, dass kleine Teilchen einer zweiten Phase, die innerhalb der Al-reichen Matrix gleichmäßig verteilt sind, eine starke Hinderniswirkung auf die Versetzungsbewegung ausüben. Der Einfluss von Teilchen auf die Werkstofffestigkeit hängt insbesondere vom Teilchendurchmesser d_T und von der Anzahl der Teilchen, d. h. vom Volumenanteil Φ der

⁶ Auf die Definition von wahrer Spannung σ und wahrer Dehnung φ sowie auf die Abgrenzung zur technischen Spannung σ_n und technischen Dehnung ϵ wird im Kapitel 2.2.4 eingegangen. Entsprechend den Angaben in Publikationen wird im Text bereits hier die Unterscheidung zwischen technischer Dehnrates $\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt$ und wahrer Dehnrates $\dot{\varphi} = d\varphi/dt$ getroffen.

zweiten Phase ab. Die Wechselwirkung zwischen Teilchen und Versetzungen ist dabei recht komplex. Einerseits erfahren Versetzungen elastische Wechselwirkungen durch das Spannungsfeld des verzerrten Kristalls in der Umgebung von Teilchen. Diese Hinderniswirkung ist von gelösten Mischkristallatomen bekannt. Ebenso wie dort kommt es auch zu einer Modulwechselwirkung, da die Elastizitätsmoduln von Matrix und Fremdphase meist unterschiedlich sind. Liegt Kohärenz zwischen Teilchen und Matrix vor, kann eine Versetzung das Teilchen auf ihrer Gleitebene schneiden. Beim Schneiden wird das Teilchen gesichert. Die dafür notwendige Oberflächenenergie muss ebenfalls durch die geleistete Arbeit aufgebracht werden. Die zusätzlich aufzubringende Spannung entspricht der Verfestigung des Werkstoffes. Der Verfestigungsbeitrag durch schneidbare Teilchen lässt sich unter Anwendung einer Konstanten $k_{T,s}$ mit folgender Gleichung angeben:

$$\Delta\sigma_{F_{T,s}} = Mk_{T,s}\sqrt{\Phi d_T} \quad (\text{Gleichung 2.18}).$$

Der Parameter $k_{T,s}$ fasst neben dem Schubmodul G und der Länge des Burgersvektors b auch einen Term zur Beschreibung der Grenzflächenenergie zusammen. Die Teilchenverfestigung steigt demnach mit zunehmendem Teilchendurchmesser und Volumenanteil. Mit zunehmendem Teilchendurchmesser geht jedoch meist auch die Kohärenz zur Matrix verloren. Inkohärente Phasengrenzen stellen unüberwindbare Hindernisse für die Versetzungen dar. Diese können die Teilchen dann jedoch mit dem sogenannten Orowan-Mechanismus umgehen. Dabei biegt sich die Versetzungslinie zwischen den Teilchen soweit durch, bis sich ungleiche Versetzungsteile gegenseitig anziehen und annihilieren. Unter Abschnürung eines Versetzungsringes löst sich die Versetzung vom Teilchen und kann die Bewegung auf ihrer Gleitebene fortsetzen. Die dafür notwendige Spannung nimmt mit zunehmender Teilchengröße ab, da sich bei gleich bleibendem Volumenanteil auch der Teilchenabstand vergrößert. Die Verfestigungswirkung bei Anwendung des Orowan-Mechanismus ergibt sich zu

$$\Delta\sigma_{F_{T,o}} = Mk_{T,o} \frac{\sqrt{\Phi}}{d_T} \quad (\text{Gleichung 2.19}),$$

wobei $k_{T,o}$ ebenfalls eine Konstante darstellt, die den Schubmodul G und die Länge des Burgersvektors b einbezieht.

Der Beitrag von Teilchen zur Festigkeitssteigerung ergibt sich als das Minimum der beiden Fließspannungserhöhungen, da stets der einfachere Überwindungsmechanismus aktiviert wird. Somit ergibt sich ein optimaler Teilchendurchmesser, für welchen die Verfestigungswirkung maximal ist. Eine maximale Festigkeitssteigerung wird in Aluminiumlegierungen typischerweise durch aus dem α -MK ausgeschiedene und feindispers verteilte Vorstufenphasen mit kohärenten oder teilkohärenten Grenzflächen zur Matrix eingestellt. Der optimale Durchmesser liegt dabei im Bereich von 10 – 100 nm [1,6,7].

Sowohl Legierungen des Systems Al-Mg als auch des Systems Al-Si gelten als nicht aushärtbar, da die erzielbaren Aushärtungseffekte durch Teilchen unbedeutend sind und industriell nicht genutzt werden. In Al-Mg-Legierungen erfolgt eine Entmischung des α -MK

äußerst träge und erst bei höheren Mg-Gehalten (vgl. Kapitel 2.1.3). Eine festigkeitssteigernder Wirkung der kohärenten Vorstufenphasen (z. B. GP-Zonen) ist kaum nachweisbar [9]. Eine geringe Festigkeitssteigerung wird der teilkohärenten Ausscheidungsphase β' zugeschrieben. Die Bildung der Gleichgewichtsphase β (Al_8Mg_5 bzw. Al_3Mg_2) hat keine Festigkeitssteigerung zur Folge (siehe z. B. [113]).

In Al-Si-Legierungen treten keine metastabilen Vorstufenphasen auf, sodass die Entmischung direkt über die Gleichgewichtsphase Si mit kd-Gitterstruktur erfolgt. Durch Wahl geeigneter Prozessparameter kann es zwar gelingen, eine Festigkeitssteigerung durch ausgeschiedene Si-Teilchen zu erzielen, wie Böhm [48] zeigte. Im Vergleich zu aushärtbaren Legierungssystemen sind die erzielbaren Festigkeitssteigerungen jedoch gering. Zudem geht die Kohärenz ausgeschiedener Si-Teilchen zur Matrix bereits nach sehr kurzen Auslagerungszeiten verloren, sodass die Si-Partikel anschließend von Versetzungen leicht umgangen werden können.

Bei Al-Mg-Si-Legierungen stellt die Teilchenverfestigung hingegen den bedeutendsten Verfestigungsmechanismus dar. Diese Legierungsgruppe ist über die Vorstufen der Gleichgewichtsphase β (Mg_2Si) aushärtbar. Die Ausscheidungssequenz umfasst je nach Auslagerungsbedingungen die Bildung von kohärenten (Cluster, GP-Zonen, β'') und teilkohärenten (β') Teilchen (Kapitel 2.1.3). Das Festigkeitsmaximum wird durch die nadelförmige β'' -Ausscheidung hervorgerufen, welche entlang der Nadelachse Kohärenz zur Matrix aufweist. Die grundlegenden Mechanismen, Einflüsse und erzielbaren Effekte der Ausscheidungshärtung von Al-Mg-Si-Legierungen sind umfassend und gut dokumentiert (z. B. [5–7,9,87]).

Erneut sei auf die gegenseitige Abhängigkeit der verschiedenen Verfestigungsmechanismen hingewiesen. So ist die Bildung festigkeitssteigernder Teilchen direkt an eine Abnahme der gelösten Fremdatomkonzentration in der Matrix gebunden. Der Beitrag einer MK-Verfestigung wird durch die Ausscheidung von Teilchen somit verringert. Obgleich eine direkte Wirkung größerer Teilchen auf die Festigkeit gering sein mag, können sie dennoch einen Beitrag leisten, die Feinkornhärtung zu kontrollieren. Beispielsweise werden Fremdphasen (z. B. Dispersoide) genutzt, um das Kornwachstum während Glühbehandlungen zu begrenzen. Letztlich können ausgeschiedene Teilchen durch ihre Wechselwirkung mit Versetzungen auch die Verformungsverfestigung beeinflussen. Schneidbare Teilchen behindern das Quergleiten von Versetzungen und führen zu planarem Gleitverhalten, bei welchem sich die Versetzungsbewegung bevorzugt in der aktiven Gleitebene vollzieht [7]. Werden grobe Teilchen mit dem Orowan-Mechanismus umgangen, kommt es durch die Bildung von Versetzungsringen zu einer stärkeren Zunahme der Versetzungsdichte ρ in der Gleitebene und somit zu einer deutlicher ausgeprägten Verformungsverfestigung (vgl. Gleichung 2.15). Zu einer Zunahme der Versetzungsdichte kann auch die Bildung von geometrisch notwendige Versetzungen (geometrically necessary dislocations (GND)) führen. Die theoretischen Grundlagen gehen auf Ashby [114] zurück und drücken aus, dass sich in

plastisch inhomogenen Werkstoffen zusätzliche Versetzungen bilden müssen, um den Zusammenhalt des Materials zu wahren. Eine mit intermetallischen Verbindungen durchsetzte Matrix kann meist als plastisch inhomogen angesehen werden, da sich die Partikel selbst oft weniger gut verformen können als die Matrix. In der Umgebung der Teilchen bildet sich eine Zone mit GND, um eine Trennung der Grenzfläche Matrix/Teilchen zu verhindern. GND tragen genau wie statistisch gespeicherte Versetzungen auf zwei Weisen zur Verfestigung bei. Einerseits stellen sie individuelle Hindernisse für die Versetzungsbewegung dar. Andererseits rufen sie im Kollektiv weitreichende Spannungsfelder hervor, die mit gleitenden Versetzungen wechselwirken. Die Dichte aller GND nimmt bei konstantem Ausscheidungs-volumenanteil mit steigendem Teilchendurchmesser ab. Die Dichte der Versetzungen in unmittelbarer Umgebung eines Teilchens steigt jedoch mit dessen Größe an [115].

2.2.3 Einfluss von Temperatur und Dehngeschwindigkeit auf das Fließverhalten von Aluminiumlegierungen

Im vorherigen Kapitel wurde bereits angedeutet, dass neben der Mikrostruktur weitere Einflüsse die Festigkeitseigenschaften von Aluminiumlegierungen bestimmen. Zwei ganz wesentliche Einflussgrößen sind die Umformtemperatur sowie die Umformgeschwindigkeit. Die bekannten Abhängigkeiten zwischen der plastischen Verformung und diesen Parametern sollen im Folgenden auf Grundlage der Quellen [1,88,115–117] erläutert werden. Dabei wird auch auf die zu Grunde liegenden Mechanismen eingegangen, welchen das beobachtete Werkstoffverhalten zugeschrieben wird.

Einfluss der Temperatur

Bereits bei niedrigen absoluten Temperaturen $T < 0,4 \cdot T_S$ hängt das plastische Verhalten mit dem thermischen Bewegungszustand des Gitters zusammen. Die thermisch induzierten Schwingungen der Atome ($T > 0$ K) können mitwirken und die Versetzungsbewegung unterstützen. Somit muss die für eine Versetzungsbewegung erforderliche Energie nicht allein durch eine äußere Spannung aufgebracht werden. Der mechanisch aufzubringende Spannungsanteil sinkt durch die thermische Aktivierung ab. Das Festigkeitsverhalten in dem genannten Temperaturbereich wird daher maßgeblich durch die thermisch aktivierte Bewegung von Versetzungen kontrolliert. Für Werkstoffe mit kfz-Gitterstruktur zeigt eine thermisch aktivierte Versetzungsbewegung meist nur geringe Wirkung, da sie eine hohe Zahl von Gleitsystemen aufweisen, welche zudem eine hohe Packungsdichte besitzen (siehe Kapitel 2.2.1). Die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze im genannten Temperaturbereich ist deshalb gering.

Eine thermische Aktivierung kann jedoch nicht nur zur Überwindung der Reibspannung in der Gleitebene der Versetzung beitragen. Bei erhöhter Temperatur kann die thermische Energie auch einen Anteil daran haben, andersartige Hindernisse und die mit ihnen verbundenen Spannungsfelder zu überwinden. Nach der Reichweite der Wirkung dieser Spannungsfelder lässt sich zwischen zwei grundsätzliche Hindernisgruppen unterscheiden [117]. Eine

Gruppe von Hindernissen ist durch weitreichende Spannungsfelder charakterisiert. Gitterfehler wie Fremdatome, Korngrenzen, Teilchen und Versetzungen mit parallelen Gleitebenen lassen sich dieser Gruppe zuordnen. Die zweite Gruppe zeichnet sich durch lokalisierte Spannungsfelder aus, die bereits nach wenigen Atomabständen abgeklungen sind und dann keinen Einfluss mehr auf Gleitversetzungen haben (z. B. Leerstellen, Waldversetzungen). Derartige kurzreichende Spannungsfelder können durch Zufuhr thermischer Energie überwunden werden, während der durch weitreichende Hindernisse bestimmte Werkstoffwiderstand kaum durch die Temperatur beeinflusst wird. Bei Betrachtung der Verformungsvorgänge bei erhöhter Temperatur lässt sich die erforderliche Fließspannung daher additiv in einen thermisch aktivierbaren (thermischen) und einen nicht thermisch aktivierbaren (athermischen) Spannungsanteil aufteilen. Der athermische Fließspannungsanteil weist abgesehen von der geringen Temperaturempfindlichkeit des Schubmoduls keine temperatur- und dehnratenabhängigen Veränderungen auf. Der thermische Anteil wird hingegen maßgeblich von der Temperatur sowie der Umformgeschwindigkeit beeinflusst. Insbesondere die grundlegenden Prozesse wie das Schneiden von Waldversetzungen und das Quergleiten von Schraubenversetzungen werden durch thermische Aktivierung begünstigt. Aufgrund des thermisch aktivierten Fließens sinkt der thermische Fließspannungsanteil mit steigender Temperatur und abnehmender Dehnrates.

Auch bei Temperaturen $T > 0,4 \cdot T_S$ beruht die plastische Verformung teilweise auf Gleitvorgängen, die durch Versetzungsbewegungen herbeigeführt werden. Bei solch hohen Temperaturen kommt es jedoch zusätzlich zu metallphysikalischen Entfestigungsprozessen, die diffusionskontrolliert ablaufen. Der große Unterschied zu Verformungsprozessen bei tieferen Temperaturen ist auf den Prozess des Kletterns von Stufenversetzungen zurückzuführen. Durch diffusionsgesteuerte Anlagerung von Leerstellen bzw. Atomen an der Versetzungslinie können Stufenversetzungen ihre Gleitebene wechseln und Hindernisse, z. B. Blockierungen durch Fremdatome oder Teilchen, umgehen. Hohe Temperaturen begünstigen diesen Prozess, da die Leerstellendichte sowie ihre Beweglichkeit exponentiell mit der Temperatur ansteigt. Der Kletterprozess kann im Gegensatz zu den anderen Bewegungsmechanismen von Versetzungen nicht durch eine mechanische Spannung bewirkt werden. Neben dem Umgehen von Hindernissen in der Gleitebene begünstigt die Mobilität der Stufenversetzungen auch weitere dynamische Entfestigungsvorgänge. Durch das Klettern können sich Stufenversetzungen mit ungleichen Vorzeichen auslöschen, während sich Versetzungen gleichen Vorzeichens in Kleinwinkelkorngrenzen anordnen (Polygonisation), wodurch sich ihre Spannungsfelder teilweise kompensieren. Hohe Temperaturen begünstigen somit ebenfalls die Bildung von Zellstrukturen, da bei der Verformung erzeugte Versetzungen zunehmend in Zellwände eingebaut werden und Subkorngrenzen bilden. Auch Schraubenversetzungen können bei hohen Temperaturen unter geringerem Kraftaufwand gleiten, da sich Teilstücke der Versetzungslinie mit Stufencharakter diffusionsgesteuert mitbewegen können. Bei erhöhter Temperatur überlagern somit zunehmend entfestigende Mechanismen die

verfestigend wirkenden mikrostrukturellen Vorgänge im Werkstoff. Die Verfestigungsrate wird mit ansteigendem Umformgrad geringer und kann bei hohen Temperaturen und geringen Dehnraten gänzlich verschwinden, sobald sich zwischen der Bildung neuer und der Annihilation bereits vorhandener Versetzungen ein Gleichgewichtszustand einstellt.

Bei Betrachtung des Temperatureinflusses auf das Fließverhalten von Aluminiumlegierungen muss zusätzlich beachtet werden, dass sich Legierungen bei RT häufig in einem metastabilen Ungleichgewichtszustand befinden. Eine Erhöhung der Temperatur kann deshalb erhebliche mikrostrukturelle Änderungen herbeiführen, wodurch die Effektivität der Verfestigungsmechanismen und somit die mechanischen Eigenschaften grundlegend verändert werden können. Als Beispiel sei an dieser Stelle auf die diffusionsabhängigen Festphasenumwandlungen verwiesen, welche bei erhöhter Temperatur ablaufen können (vgl. Kapitel 2.1). Hohe Temperaturen können außerdem Kornwachstum oder Rekristallisationsprozesse auslösen und somit die Effektivität einer Korngrenzenverfestigung verändern. Bei der Betrachtung der MK-Verfestigung muss berücksichtigt werden, dass bei hohen Temperaturen nicht nur die Versetzungen, sondern auch die Fremdatome eine bessere Mobilität aufweisen. Versetzungen stellen Inhomogenitäten für die regellose Fremdatomverteilung dar und können diese nun beeinflussen [118]. Die Diffusivität von Fremdatomen kann sich dabei sowohl auf die Fließgrenze als auch auf das Verfestigungsverhalten während der plastischen Verformung auswirken. Durch Diffusionsvorgänge lagern sich Fremdatome, die größer als die Matrixatome sind, vorzugsweise im Zugspannungsbereich einer Versetzung an. Kleinere Lösungsatome werden bevorzugt in das Druckspannungsfeld der Versetzung eingebaut. Hierdurch verringert sich zwar die Gesamtverzerrung des Gitters, die Versetzungen werden jedoch mit Fremdatomen angereichert. Solange die Bewegungsgeschwindigkeit der Versetzungen größer als die Diffusionsgeschwindigkeit der Fremdatome ist, muss ein zusätzlicher Spannungsbetrag aufgebracht werden, um die Versetzungen von den Fremdatomwolken (Cottrell-Wolken) loszureißen. Teilweise werden dabei größere Spannungen benötigt als für die Weiterbewegung der Versetzung in ihrer Gleitebene.

Die Blockierung von Gleitversetzungen durch Fremdatomwolken kann daher einen Streckgrenzeneffekt (Lüdersdehnung) hervorrufen. In Abhängigkeit der MK-Zusammensetzung und des Temperaturbereichs der plastischen Verformung können Aluminiumlegierungen auch einer dynamischen Reckalterung (Portevin-Le Chatelier-Effekt (PLC-Effekt)) unterliegen. Die Diffusionsfähigkeit der Fremdatome ist dabei groß genug, um eine losgerissene Versetzung während ihrer Haltezeit (z. B. vor einem Hindernis) wieder einzuholen oder an andere Versetzungen heran zu diffundieren, wodurch eine erneute Verankerung auftritt. Der PLC-Effekt macht sich durch einen gezackten Verlauf der Verfestigungskurve bemerkbar, da die erforderliche Fließspannung durch wechselhaftes Losreißen und Wiederverankern von Versetzungen schwankt. Die Größe der Spannungsausschläge nehmen mit steigender Dehnung zu, was sich durch das Anwachsen der Versetzungsdichte erklären lässt. Da PLC-Effekte

von der Bewegungsgeschwindigkeit der Versetzungen abhängen, werden sie auch maßgeblich durch die Dehnrates beeinflusst. Bei hohen Umformgeschwindigkeiten reicht die Diffusionsgeschwindigkeit der Fremdatome nicht mehr aus und die Effekte treten nicht mehr auf. Sowohl Streckgrenzeneffekte als auch der PLC-Effekt sind besonders bei Al-Mg-Legierungen ausgeprägt [119–124]. Üblicherweise treten die Erscheinungen erst bei Mg-Gehalten $> 0,5\%$ auf und ihr Einfluss nimmt mit steigender Konzentration zu. Da der PLC-Effekt auf thermischer Aktivierung beruht, wird er mit hohen Dehnraten zunehmend unterdrückt. Auch der Temperaturbereich ist begrenzt. Bei tiefen Temperaturen erfolgt kaum thermische Aktivierung. Bei sehr hohen Temperaturen ist die Hinderniswirkung der Fremdatome hingegen zu gering, sodass auch hier keine Effekte zu erwarten sind. Von einigen Autoren wurde der PLC-Effekt auch in binären Al-Si-Legierungen nachgewiesen [102,125,126]. Der Umfang dieser Untersuchungen ist jedoch in Hinsicht auf Dehnraten- und Temperaturbereiche stark begrenzt. Selbiges gilt für Al-Mg-Si-Legierungen, bei denen PLC-Effekte ebenfalls auftreten können [127]. Dabei zeigt sich eine große Abhängigkeit vom Ausscheidungszustand. So scheint eine Warmauslagerung den PLC-Effekt zu unterdrücken [128], was leicht nachzuvollziehen ist, da der Fremdatomanteil in Lösung mit andauernder Auslagerungszeit abnimmt. Wie im vorangegangenen Kapitel beschrieben, wurde insbesondere der Einfluss von gelöstem Mg auf eine Mischkristallverfestigung bereits umfassend untersucht. Da alle Versuche in den besprochenen Publikationen [106–108] bei RT vorgenommen worden sind, können aus den Ergebnissen jedoch keine Rückschlüsse zum Temperatureinfluss auf die Fließspannungserhöhung gezogen werden. Jobba et al. [109] untersuchten das Festigkeits- und Fließverhalten lediglich bei sehr tiefen Temperaturen ($T \leq \text{RT}$). Anhaltspunkte für eine über weite Temperatur- und Dehnratenbereiche effektive MK-Verfestigung durch gelöstes Mg liefert die Studie von Rønning et al. [101], in der die Festigkeitseigenschaften von drei binären Al-Mg-Legierungen (0,5 – 3 %) mittels Torsions- sowie Stauchversuchen bestimmt worden sind. Die Dehnrates wurde dabei im Bereich von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} - 10^0 \text{ s}^{-1}$ variiert. Die Prüftemperaturen deckten einen Bereich von $T = 20 - 565^\circ\text{C}$ ab. Da in [101] jedoch nur ausgewählte Spannungs-Dehnungs-Diagramme dargestellt und abgesehen von der Fließgrenze keine weiteren Kenngrößen betrachtet werden, lassen sich die Einflüsse von Umformgeschwindigkeit, Umformtemperatur und gelösten Fremdatomen auf das Fließverhalten nicht ableiten. Auch die getrennte Betrachtung von Dehngeschwindigkeit und Temperatur kann anhand der Daten nicht erfolgen, da die Fließgrenzen in Abhängigkeit des Zener-Hollomon-Parameters diskutiert werden, welcher beide Größen zusammenfassend abbildet.

Der Einfluss unterschiedlicher Prüftemperaturen wurde ebenfalls von Yanagawa et al. [110] untersucht. An einer Legierung mit einem Massenanteil von 5,5 % Mg wurde durch Zugversuche bis zu einer Temperatur von 200°C eine nahezu konstante Fließgrenze nachgewiesen. Bei RT führte ein zunehmender Mg-Gehalt bis 8 % zu einem kontinuierlichen Anstieg der Fließgrenze, was die experimentellen Beobachtungen aus [106–109] erneut bestätigt.

Einfluss der Dehngeschwindigkeit

Der thermische Fließspannungsanteil hängt neben der Temperatur auch von der Dehngeschwindigkeit ab, was sich mit der Zeitabhängigkeit der thermischen Aktivierung erklären lässt. Mit zunehmender Zeit aufgrund einer geringen Umformgeschwindigkeit steigt die Wahrscheinlichkeit der thermischen Aktivierung von Versetzungsbewegungen. Bei konstanter Temperatur bewirkt eine Verringerung der Dehngeschwindigkeit die Abnahme von Fließgrenze und Verformungsverfestigung. Die Abhängigkeit der Fließspannung σ_F von der Dehngeschwindigkeit $\dot{\varphi} = d\varphi/dt$ wird häufig durch folgendes Potenzgesetz näherungsweise beschrieben (siehe z. B. [85,129,130]):

$$\sigma_F = K \dot{\varphi}^m \quad (\text{Gleichung 2.20}),$$

wobei $K = K(\varphi)$. Die Empfindlichkeit der Fließspannung bezogen auf die Dehnrates lässt sich somit numerisch über den Index m ausdrücken, welcher als Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit (strain rate sensitivity (SRS)) bezeichnet wird. Eine Erhöhung des Fließwiderstandes mit steigender Umformgeschwindigkeit wird durch einen positiven m -Wert ausgedrückt. Bei niedrigen Temperaturen ist die Spannung in kfz-Metallen nahezu unabhängig von der Dehngeschwindigkeit, sodass die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit Werte von $m \approx 0,01$ annimmt [85]. Bei homologen Temperaturen $T/T_S > 0,4$ spielen zeitabhängige Prozesse eine deutlich größere Rolle. Der Dehnrateneinfluss nimmt zu und Werte bis $m \approx 0,2$ werden erreicht.

Nach [7,131] zeigt die Fließspannung von Aluminiumlegierungen in einem weiten Dehnratenbereich ($\dot{\varphi} = 10^{-5} \text{ s}^{-1} - 10^2 \text{ s}^{-1}$) eine lineare Abhängigkeit vom Logarithmus der Dehngeschwindigkeit, was bei der experimentellen Charakterisierung der Empfindlichkeit genutzt werden kann (siehe Kapitel 2.2.4).

Ein spezielles Verhalten zeigen Al-Mg-Legierungen, die häufig eine negative Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ($m < 0$) aufweisen. Das Phänomen eines abnehmenden Fließwiderstandes mit steigender Dehnrates scheint dabei direkt an das Auftreten des PLC-Effektes gekoppelt zu sein [132]. Picu et al. [122,123] haben die SRS der kommerziellen Legierung AA5182 (4,5 % Mg) für einen Dehnratenbereich $\dot{\varepsilon} = 10^{-6} \text{ s}^{-1} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ und eine Temperaturspanne von $T = -120 \text{ °C}$ bis 150 °C untersucht. Über einen großen Temperaturbereich, einschließlich RT, konnte eine negative Dehnratenempfindlichkeit festgestellt werden. Der Parameter m war dabei nicht vom Betrag der Dehnung abhängig. Der Temperaturbereich mit $m < 0$ ist identisch mit jenem, in welchem PLC-Effekte nachweisbar sind. Messwerte von $m > 0$ wurden nur bei sehr tiefen ($T < -80 \text{ °C}$) und hohen ($T > 120 \text{ °C}$) Temperaturen bestimmt. Bei hohen Temperaturen zeigte sich zudem eine Abhängigkeit von der Dehnung, mit welcher m zunimmt. Dass negative m -Werte an den PLC-Effekt geknüpft sind, legen auch die Ergebnisse aus [123] nahe. Zustände, in denen unregelmäßige Fremdatomverteilungen (Cottrell-Wolken, Cluster an Versetzungslinien, etc.) vorliegen, zeigen eine negative Empfindlichkeit. Für Zustände mit regelmäßiger Fremdatomverteilung ergeben sich kaum Unterschiede im Fließverhalten bei Variation der Dehnrates.

Huskins et al. [133] machten vergleichbare Beobachtungen an der Legierung AA5083, die einen ähnlichen Massenanteil von 4,8 % Mg aufweist. Für quasistatische Dehnraten ($\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) wurde bei Raumtemperatur eine negative SRS festgestellt. Der inverse Dehnrateneffekt zeigte sich mit Auftreten dynamischer Reckalterungserscheinungen auch in AA5086 mit 4 % Mg [119]. Hierbei erfolgte ein Vergleich zwischen den Dehnraten $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ und $\dot{\epsilon} = 0,36 \text{ s}^{-1}$. Der Einfluss der Temperatur auf die Dehnratenempfindlichkeit wurde von Romhanji et al. [134] im Dehnratenbereich $\dot{\epsilon} = 6,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 6,7 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ untersucht. Bei einer Legierung mit einem Massengehalt von 6,8 % Mg wurden negative m -Werte bis zu einer Temperatur von $T = 100 \text{ °C}$ ermittelt. Mit steigender Temperatur nimmt die SRS deutlich zu und weist bei 300 °C einen Wert $m > 0,1$ auf. Durch einen Temperaturanstieg nimmt auch die Abhängigkeit der SRS vom Dehnungsbetrag zu. Bei großen Umformgraden werden allgemein etwas größere Werte für m bestimmt.

Ein mehrfacher kontinuierlicher Wechsel zwischen ähnlichen Dehnraten ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bzw. 10^{-1} s^{-1}) während Zugversuchen bei RT zeigte für Al-Si-Legierungen nahezu keinen Dehnrateneffekt [102].

Auch technische Al-Mg-Si-Legierungen weisen bei RT keine signifikante SRS auf, wobei sich Untersuchungen meist auf ausgelagerte Zustände beziehen (z. B. [131,135]). Aussagen zum Einfluss des Lösungsgehaltes von Mg bzw. Si können anhand der Daten in der Literatur daher nicht getroffen werden. Zwar wurde die SRS auch an Legierungen untersucht, bei denen eine systematische Variation des Mg- und Si-Gehaltes erfolgte [136,137]. Festgestellte Unterschiede bezüglich der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit der Legierungen basieren dann jedoch auf dem verschiedenen Ausscheidungsverhalten, welches sich durch Anpassung der chemischen Zusammensetzung sowie aus der thermischen Vorgeschichte des Werkstoffes ergibt. Die Unterschiede sind somit nicht allein auf gelöste Fremdatomkonzentrationen zurückzuführen. Auch der Einfluss weiterer Elemente wie Fe, Mn oder Cu in technischen Legierungen erschwert die Beurteilung hinsichtlich der Wirkung der Hauptlegierungselemente Mg und Si in Lösung. Die Auswirkung der Temperatur auf die SRS wurde von Vilamosa et al. [138] geprüft. An drei homogenisierten Al-Mg-Si-Legierungen mit variierender Zusammensetzung wurde das Fließverhalten im Temperaturbereich $T = 20 \text{ °C} - 350 \text{ °C}$ für eine Vielzahl an Dehnraten ($\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1} - 750 \text{ s}^{-1}$) bestimmt. Die Dehnratenempfindlichkeit aller drei Legierungen war bei RT gering und nahm mit steigender Temperatur kontinuierlich zu. Erneut zeigte sich eine zunehmende SRS bei steigender Dehnung.

Auf Basis der Literaturdaten lässt sich schlussfolgern, dass sowohl die Fließgrenze als auch die Verformungsverfestigung von Aluminiumlegierungen durch den gekoppelten Effekt von Temperatur und Dehnraten in weiten Grenzen beeinflusst werden kann. Darüber hinaus wird deutlich, dass die gegenseitige Abhängigkeit von Mikrostruktur des Werkstoffes, Temperatur und Dehngeschwindigkeit, welche gemeinsam das plastische Verformungsverhalten kontrollieren, die experimentelle Bestimmung von Festigkeitseigenschaften sowie den Vergleich unterschiedlicher Aluminiumlegierungen untereinander erheblich erschwert.

2.2.4 Charakterisierung von Festigkeitseigenschaften

Die Charakterisierung des makroskopischen Werkstoffverhaltens erfolgt im Allgemeinen durch technologische Prüfverfahren. Das Festigkeits- und Fließverhalten wird meist durch quasistatische, einachsige Belastungsversuche untersucht. Es ergeben sich Spannungs-Dehnungs-Diagramme, welche das elastisch-plastische Verhalten des Werkstoffes unter solch einachsiger Belastung beschreiben. Um letztlich Rückschlüsse auf den Einfluss verschiedener mikrostruktureller Gegebenheiten ziehen zu können, muss das Festigkeits- und Fließverhalten bekannter Mikrostrukturzustände systematisch untersucht werden. Eine Variation der Prüfbedingungen (z. B. Temperatur, Dehnrate) ist ebenso erforderlich, um das Werkstoffverhalten möglichst umfassend beschreiben zu können. Die in den Kapiteln 2.2.1 – 2.2.3 skizzierten Mechanismen lassen sich zur Deutung der ermittelten Eigenschaften heranziehen.

Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Das elastisch-plastische Verhalten von Werkstoffen wird meist mit Hilfe von Spannungs-Dehnungs-Kurven beschrieben, welche aus quasistatischen, einachsigen Belastungsversuchen resultieren. Während des Versuchs in einer mechanischen Prüfmaschine werden sowohl die Längenänderung der Probe Δl als auch die aufgebrachte Kraft F durchgehend aufgezeichnet. Bezieht man die Kraft auf den Ausgangsquerschnitt der Probe S_0 , so erhält man die Nennspannung σ_n , welche auch als technische Spannung bezeichnet wird:

$$\sigma_n = \frac{F(\Delta l)}{S_0} \quad (\text{Gleichung 2.21}).$$

Die technische Dehnung ε ist als Quotient aus der Längenänderung und der Ausgangslänge l_0

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (\text{Gleichung 2.22})$$

definiert. Trägt man die Nennspannung σ_n über der Dehnung ε auf, erhält man das technische Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Aus dem Diagramm lassen sich charakteristische Kenngrößen bestimmen. So wird das anfängliche linear-elastische Verhalten durch den Elastizitätsmodul E ($= \sigma_n/\varepsilon$) gekennzeichnet. Als charakteristischen Festigkeitskennwert lässt sich die Fließgrenze σ_f als Spannung bestimmen, bei der erstmals plastisches Fließen einsetzt. Wird als Prüfverfahren der Zugversuch herangezogen, können auch die Zugfestigkeit sowie Duktilitätskenngrößen (z. B. Gleichmaßdehnung, Bruchdehnung, Brucheinschnürung) abgeleitet werden.

Bei all diesen Größen handelt es sich jedoch um nominelle Werkstoffangaben, da sich die berechneten Werte auf die Ausgangsdimensionen des Messbereichs beziehen. Die Festigkeit und plastische Verformbarkeit eines Werkstoffes sind jedoch vom lokalen Spannungs- und Dehnungszustand abhängig, sodass es häufig zweckmäßig ist, die tatsächlichen Gegebenheiten in der Probe zu betrachten. Bei plastischer Deformation tritt eine kontinuierliche Änderung der Querschnittsfläche auf, sodass die Nennspannung nicht der im Material vorliegenden wahren Spannung σ entspricht. Unter der Annahme, dass während der plastischen Verformung Volumenkonstanz

$$S_0 \cdot l_0 = S(\Delta l) \cdot l(\Delta l) = \text{konst.} \quad (\text{Gleichung 2.23})$$

herrscht und die Querschnittsänderung konstant über der gesamten Messlänge erfolgt, kann folgende Gleichung zur näherungsweisen Berechnung der wahren Spannung herangezogen werden:

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F \cdot l}{S \cdot l} = \frac{F \cdot l}{S_0 \cdot l_0} = \frac{F}{S_0} \cdot \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right) = \sigma_n(1 + \varepsilon) \quad (\text{Gleichung 2.24}).$$

Die Annahme von Volumenkonstanz kann bei Metallen getroffen werden, da die plastische Verformung auf Versetzungsbewegung basiert, wobei die Atomabstände konstant bleiben. Während der plastischen Verformung entspricht die wahre Spannung σ jener Spannung, die für das Fließen des Werkstoffes erforderlich ist. Sie ist in diesem Fall mit der Fließspannung σ_F gleichzusetzen.

Auch die Längenänderung muss auf die durch plastische Verformung veränderte Proben-dimension bezogen werden. Die wahre bzw. logarithmische Dehnung φ ergibt sich, wenn man eine infinitesimale Längenänderung dl auf die aktuelle Länge l bezieht und die sich daraus ergebenden Teildehnungen $d\varphi$ integriert:

$$\varphi = \int_{l_0}^{l_1} \frac{dl}{l} = \ln \frac{l_1}{l_0} = \ln \left(1 + \frac{\Delta l}{l_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon) \quad (\text{Gleichung 2.25}).$$

Trägt man die wahre Spannung über der wahren Dehnung auf, erhält man die wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve bzw. die Fließkurve des Materials. Ein schematischer Verlauf des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens ist in Abbildung 2.2 a dargestellt.

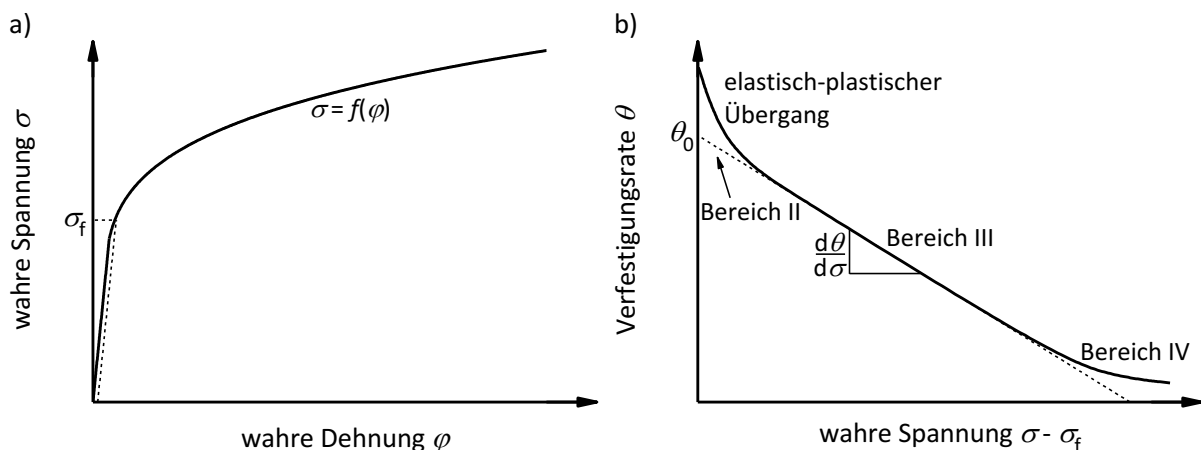


Abbildung 2.2: Schematische Darstellungen von Versuchsdaten zur Charakterisierung des Festigkeits- und Verformungsverhaltens von Aluminiumlegierungen.

a) Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurve

b) Kocks-Mecking-Plot mit Kennzeichnung verschiedener Verfestigungsbereiche
(nach [139])

Typischerweise haben Aluminiumlegierungen keine ausgeprägte Streckgrenze, sodass sich der abgebildete kontinuierliche Übergang vom linear-elastischen zum elastisch-plastischen Bereich ergibt. Als Fließgrenze σ_f wird dann meist die Spannung bei einer plastischen

Dehnung von 0,2 % bestimmt. In Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung (z. B. hochlegierte Al-Mg-Legierungen) können in bestimmten Temperatur-/Dehnratenbereichen Streckgrenzenerscheinungen auftreten (siehe Kapitel 2.2.3). Die Fließkurve zeigt dann mit Beginn des makroplastischen Fließens einen diskontinuierlichen Übergang (Lüdersdehnung), anhand dessen sich Streckgrenzenwerte bestimmen lassen.

Der allgemeine Kurvenverlauf $\sigma = f(\varphi)$ lässt sich mit den mikrostrukturellen Vorgängen in polykristallinen Werkstoffen erklären. Die Fließgrenze wird maßgeblich durch die wirkenden Verfestigungsmechanismen bestimmt, d. h. durch im Gitter vorliegende Hindernisse, welche den Widerstand gegen Versetzungsbewegungen erhöhen. Mit einsetzender plastischer Verformung kommt es zu Versetzungsbewegungen und Versetzungsreaktionen. Die Fließspannungszunahme verdeutlicht den Anstieg der Versetzungsdichte mit voranschreitender Verformung (Versetzungsverfestigung). Es wird jedoch ebenso deutlich, dass die Steigung immer weiter abflacht, was durch dynamische Entfestigungsprozesse zu erklären ist. Die mikrostrukturellen Vorgänge haben daher ebenso Auswirkung auf den Verlauf wie die Umformbedingungen (z. B. Temperatur, Dehnrage) selbst. Wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven eignen sich daher äußerst gut, eine vergleichbare Datenbasis zu schaffen, aus der sich Rückschlüsse zu verschiedenen Einflussfaktoren ziehen lassen. Sie stellen außerdem die Grundlage für weitere Auswertemethoden dar, die eine bessere Interpretation der experimentellen Daten zulassen.

Charakterisierung der Verformungsverfestigung

Spannungs-Dehnungs-Diagramme bieten die Möglichkeit, Festigkeitseigenschaften verschiedener Werkstoffzustände bei unterschiedlichen Umformbedingungen durch die Ermittlung geeigneter Kennwerte (z. B. Fließgrenze σ_f) direkt miteinander zu vergleichen. Quantitative Aussagen zur Verfestigung während der plastischen Verformung lassen sich hingegen nur schwierig treffen. Einen geeigneten Ansatz zur besseren Interpretation von Messdaten präsentierten Kocks und Mecking (siehe z. B. [140]). In als Kocks-Mecking-Plots bezeichneten Darstellungen wird die Verfestigungsrate über der Fließspannung aufgetragen, wobei sich die Verfestigungsrate θ durch Differentiation der Fließkurve berechnet:

$$\theta = \frac{d\sigma_F}{d\varphi} \quad (\text{Gleichung 2.26}).$$

Ein beispielhafter Verlauf der Verfestigungsrate von Aluminiumlegierungen in einem Kocks-Mecking-Plot ist in Abbildung 2.2 b dargestellt. Da lediglich die Verfestigungsrate im elastisch-plastischen Bereich betrachtet wird, erfolgt üblicherweise eine Subtraktion der Fließgrenze von dem gemessenen Betrag der Fließspannung (wahre Spannung). In Anlehnung an Schubspannungs-Abgleitungs-Kurven von kfz-Einkristallen wird die Verformungsverfestigung traditionell in verschiedene Bereiche eingeteilt [1,85,139]. Der Bereich I charakterisiert die Einfachgleitung in Einkristallen, bei der nur eine geringfügige Verfestigung beobachtet wird. Dieser Bereich tritt in polykristallinen Metallen nicht auf. In einem anschließenden Bereich der Verformung lässt sich die höchste Verfestigungsrate beobachten. Es kommt

zunehmend zu Versetzungsaufstauungen und zu einer raschen Erhöhung der Versetzungsdichte. In reinen polykristallinen Metallen mit kfz-Gitterstruktur zeigt sich dieser Bereich II nach Erreichen der Fließgrenze. Die anfängliche Verfestigungsrate θ_0 beträgt dabei näherungsweise $G/20$, was für Aluminium bei RT etwa einem Wert von $\theta_0 = 1200 - 1500$ MPa entspricht [139]. In Legierungen ist bei geringen Spannungsbeträgen häufig eine Abweichung vom linearen Verlauf nachzuweisen. Dies wird auf einen komplexeren Übergang vom elastischen zum elastisch-plastischen Materialverhalten zurückgeführt, welcher durch die Wirkung von gelösten Fremdatomen oder das Auftreten von Fremdphasen hervorgerufen werden kann. Poole et al. [139] weisen darauf hin, dass die genauen Ursachen nicht abschließend geklärt sind. In ihrem Review wird festgestellt, dass in der Literatur ein Mangel an experimentellen Daten zum Verhalten reiner MK besteht, welche zu einer besseren Differenzierung der auftretenden Effekte beitragen könnten.

Der Bereich III ist meist der längste Bereich der Verfestigungskurve. In diesem Bereich erfolgt noch immer eine Festigkeitssteigerung. Die Verfestigungsrate fällt jedoch linear mit ansteigender Fließspannung ab. Hierin zeigt sich deutlich, dass zunehmend Entfestigungsprozesse ablaufen, welche die Verfestigung überlagern. Da die dynamischen Erholungsprozesse von der Mikrostruktur des Werkstoffes (z. B. Quergleitvermögen von Schraubenversetzungen) abhängen, aber auch durch thermische Aktivierung begünstigt werden, lassen sich durch die Darstellung des Verfestigungsverhaltens in Kocks-Mecking-Plots konkretere Aussagen zu mikrostrukturellen Vorgängen machen. Insbesondere die Verfestigungsrate im Bereich III reagiert sensitiv auf Änderungen der Mikrostruktur, Temperatur und Dehnrates [140]. Der Einfluss verschiedener Faktoren lässt sich somit gut abschätzen, da die Steigung der Kurven ($d\theta/d\sigma$) als Maß für dynamische Erholung betrachtet werden kann und sich darüber hinaus die gesamte Fließspannungszunahme während der plastischen Verformung direkt ablesen lässt.

Der konstante Abfall der Verfestigungsrate drückt aus, dass sich die Fließspannung kontinuierlich einer Sättigungsspannung annähert, mit deren Erreichen sich ein Gleichgewicht zwischen der Bildung neuer und der Annihilation bereits vorhandener Versetzungen einstellt ($\theta = 0$). Bei großen Umformgraden zeigt sich jedoch häufig ein Zusammenbruch des linearen Zusammenhangs von Verfestigungsrate und Spannung. Im Bereich IV ist die Verfestigungsrate sehr gering und fällt weniger schnell ab als im Bereich III. Einige Autoren geben an, dass sich ein Bereich V anschließen kann, in dem sich eine sehr niedrige konstante Verfestigungsrate einstellt (siehe Reviews [139,140]). Die messtechnische Erfassung sowie die Unterscheidung verschiedener Bereiche sind aufgrund der hohen Umformgrade jedoch schwierig.

Charakterisierung der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit

In der Literatur werden verschiedene Definitionen und Gleichungen genutzt, um den Einfluss der Dehngeschwindigkeit auf die Fließspannung zu beschreiben. Die unterschiedlichen Konzepte lassen sich in den Quellen [129,130,141] nachlesen. Die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit wird dabei generell durch eine Beziehung der wahren Spannungswerte bei

unterschiedlichen Dehngeschwindigkeiten definiert. Mit Hilfe der SRS der Fließspannung und ihrer Abhängigkeit von den Prüfbedingungen (z. B. Temperatur) lassen sich wichtige Informationen über die Mechanismen gewinnen, welche die plastische Verformung kontrollieren [141]. In dieser Arbeit wird ausschließlich die logarithmische SRS für die Beurteilung des Dehnrateneinflusses herangezogen, welcher durch folgende Formel beschrieben wird:

$$m = \frac{d \lg(\sigma)}{d \lg(\dot{\varphi})} \quad (\text{Gleichung 2.27}).$$

Die Bestimmung der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ist nicht standardisiert und kann mit verschiedenen Verfahren evaluiert werden [129,142]. Grundsätzlich sind für die Berechnung der SRS Spannungen σ_i bei einem definierten Dehnungsbetrag φ zu bestimmen, welche sich bei unterschiedlichen Dehngeschwindigkeiten $\dot{\varphi}_i$ ergeben. Eine häufig genutzte Möglichkeit dafür ist, Spannungs-Dehnungs-Kurven mit variierenden – jedoch über den gesamten Versuch konstanten – Dehngeschwindigkeiten aufzunehmen. Bei einer Bestimmung der SRS auf diese Weise ist zu beachten, dass auch die bei der Deformation hervorgerufenen Mikrostrukturänderungen (z. B. Erhöhung der Versetzungsdichte, Ausbildung von Subkorngrenzen) einen Einfluss auf die ausgewerteten Spannungswerte nehmen. Die Generation und Annihilation von Versetzungen stellen zeitabhängige Prozesse dar und sind somit von der Umformgeschwindigkeit abhängig. Die bestimmten Spannungswerte $\sigma_1(\dot{\varphi}_1)$ und $\sigma_2(\dot{\varphi}_2)$ korrespondieren daher zu unterschiedlichen Mikrostrukturen, welche wiederum vom aktuellen Betrag der Dehnung φ abhängen. Die SRS umfasst somit auch einen Anteil, der auf eine unterschiedliche Versetzungsverfestigung zurückzuführen ist. In der Literatur wird diese Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit häufig als scheinbare (apparent) SRS bezeichnet. Die Ermittlung einer vom Deformationspfad unabhängigen SRS kann mittels eines Dehngeschwindigkeitswechselversuchs (strain rate jump test (SRJT)) erfolgen, bei welchem die Spannungs-Dehnungs-Kurve eines Werkstoffes mit sprunghaft wechselnden Dehngeschwindigkeiten aufgezeichnet wird. Diese sogenannte stationäre (steady state) SRS wird als Spannungsänderung definiert, die durch eine instantane Dehnratenänderung hervorgerufen wird. Die Bestimmung erfolgt daher an einer in guter Näherung konstanten Mikrostruktur. Eine rasche Änderung der Dehngeschwindigkeit hat jedoch einen transienten Übergang zur Folge, bei welchem sich die Fließspannung asymptotisch einem neuen, gesättigten Niveau annähert. Bei der Bestimmung der stationären SRS wird daher versucht, die Fließspannung nach dem transienten Übergang auf den Zeitpunkt der Dehnratenänderung zu extrapolieren.

2.3 Zielstellung der Arbeit

Die Fertigung von Komponenten und Strukturen aus Aluminium-Knetlegierungen umfasst eine komplexe Prozesskette, welche mehrere Wärmebehandlungs- und Umformschritte beinhaltet. Es ist ein erklärtes Ziel, die gesamte Fertigung durch prozessübergreifende Modellierung abbilden zu können [143]. Die computergestützte Simulation kann genutzt werden, um neue Werkstoffvarianten zu entwickeln und bestehende Fertigungsschritte zu

optimieren [144]. Eine Prozesskettensimulation dient darüber hinaus dazu, komplexe Zusammenhänge zwischen Prozessparametern und dem resultierenden Werkstoffverhalten zu verstehen und den Einfluss der Fertigung auf die finalen Eigenschaften des Werkstoffes analysieren und gezielt beeinflussen zu können [143]. Sie stellt damit ein wichtiges Werkzeug dar, den wachsenden Anforderungen an Leichtbaustrukturen aus Aluminiumlegierungen (beispielsweise für sicherheitsrelevante Teile im Verkehrswesen) gerecht zu werden.

Eine zentrale Komponente der Prozesskettensimulation ist die Kenntnis über das Festigkeits- und Fließverhalten des Werkstoffes, da es das Bindeglied zwischen dem makroskopischen Werkstoffverhalten und der Mikrostrukturentwicklung darstellt. Es existieren zahlreiche Ansätze, Fließkurven mit Hilfe mathematischer Funktionen zu beschreiben (z. B. [86,145]). Die einfachste Abbildung des Materialverhaltens gelingt durch empirisch-phänomenologische Modelle (z. B. Ludwik [146], Hockett-Sherby [147], Voce [148,149]). Die Werkstoffeigenschaften werden u. a. als Funktion der beeinflussenden Umformbedingungen beschrieben, wobei im Allgemeinen eine Anpassung mathematischer Koeffizienten an experimentelle Daten erfolgt. Physikalische Mechanismen, welche die Eigenschaftsänderungen hervorrufen, sind in derartigen Modellen nicht berücksichtigt, sodass die mathematischen Beschreibungen nur für ausgewählte und stark begrenzte Bedingungen gelten. Da es in Abhängigkeit der Umformbedingungen zu einem Wechsel der physikalischen Mechanismen kommen kann (vgl. Kapitel 2.2.1), geht von den Modellen keine Allgemeingültigkeit aus.

Einen geeigneteren Ansatz wählen Modelle, welche die grundlegenden physikalischen Mechanismen berücksichtigen und die Fließspannung auf Basis der Mikrostrukturevolution abbilden (z. B. Kocks-Mecking [140], Nes et al. [150], Roters et al. [151]). Allen Modellen liegt eine kinetische Gleichung zu Grunde, welche die Fließspannung in Abhängigkeit des momentanen Mikrostrukturzustandes, der Temperatur und der Dehnrates beschreibt. Da die Mikrostruktur während der plastischen Verformung nicht konstant ist, wird die Änderung durch eine oder mehrere Strukturevolutionsgleichung(en) ausgedrückt. Die Fließspannung kann dadurch in Abhängigkeit der Dehnung berechnet werden. Vorteile physikalisch basierter Modellansätze liegen in der Übertragbarkeit auf andere Werkstoffvarianten und Umformbedingungen. Als nachteilig erweisen sich hingegen die Komplexität und die damit verbundene Berechnungsdauer. Eine grundlegende Modellierung des Fließverhaltens erfordert zudem einige über den heutigen Wissensstand hinausgehende Kenntnisse.

Um die Genauigkeit von Prozesssimulationen zu verbessern, ist eine physikalisch basierte Fließkurvenmodellierung trotz der damit einhergehenden Schwierigkeiten unabdingbar. Jeder Prozessschritt kann die Mikrostruktur – gelöste Fremdatomkonzentration, Versetzungsdichte und -struktur, Korngröße und -orientierung, Teilchenkonfiguration (Volumenanteil, Größe, Verteilung) – beeinflussen und hat demnach Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes. Die Integration physikalisch basierter Modelle in die Simulation industrieller Prozesse ist bereits gelungen (z. B. [152,153]), sodass Informationen zur Entwicklung der Mikrostruktur grundsätzlich berücksichtigt werden können. Nach

derzeitigem Stand der Technik ist jedoch nicht abschließend geklärt, welchen Fließspannungsbeitrag einzelne Verfestigungsmechanismen liefern. Auch die große Abhängigkeit der Verfestigungsmechanismen untereinander stellt eine Herausforderung dar. Eine systematische Untersuchung mikrostruktureller Einflüsse ist darüber hinaus meist auf eingeschränkte Prüfbedingungen begrenzt (Kapitel 2.2).

Für einen Kenntnissgewinn zum Einfluss verschiedener Faktoren auf das Festigkeits- und Fließverhalten ist es daher erforderlich, mechanische Werkstoffprüfungen für definierte Mikrostrukturzustände unter vergleichbaren Bedingungen durchzuführen. Die Werkstoffprüfung muss über eine große Spannweite verschiedener Umformbedingungen (Temperatur, Dehnrate) erfolgen. Mit dieser Arbeit wird das Ziel verfolgt, eine geeignete Untersuchungsmethodik für die systematische Analyse von Mikrostruktureinflüssen und Prüfbedingungen zu entwickeln und anzuwenden. Die Untersuchungen sollen dazu beitragen, das Fließverhalten von Al-Mg-Si-Legierungen genauer zu charakterisieren und den Einfluss der Hauptlegierungselemente herauszustellen. Im Vordergrund steht die Fragestellung, welchen Einfluss gelöste Fremdatome auf die Mischkristallverfestigung und Versetzungsverfestigung während der Umformung von Legierungen des Al-Mg-Si-Systems besitzen. Ausgehend von einem Referenzwerkstoff (Reinaluminium) erfolgt hierzu eine Analyse verschiedener binärer und einer ternärer Legierungen mit systematischer Variation der Legierungszusammensetzung (Mg, Si, Mg + Si). Der Schwerpunkt liegt dabei auf rasch abgeschreckten, unterkühlten Zuständen, die als übersättigte Mischkristalle höhere Gehalte an Legierungselementen aufweisen und thermodynamisch nicht stabil sind.

Die systematische Analyse mikrostruktureller Einflussgrößen auf das Fließverhalten erfordert die Einstellung definierter Werkstoffzustände durch gezielt durchgeführte Wärmebehandlungen. Ein wesentliches Ziel besteht deshalb darin, das Phasenumwandlungsverhalten der verschiedenen Legierungsvarianten beim Abkühlen nach dem Lösungsglühen zu analysieren. Umfängliche Kenntnis über die Mikrostrukturentwicklung kann durch eine Kombination von thermischen Analysen und Mikrostrukturuntersuchungen gewonnen werden. Mit den resultierenden Erkenntnissen sollen geeignete Prozessparameter für Wärmebehandlungen abgeleitet werden, die sich dazu eignen, relevante Mikrostrukturzustände für die mechanische Werkstoffprüfung einzustellen. Die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften erfolgt überwiegend an unterkühlten, metastabilen Zuständen im Rahmen einer thermomechanischen Analyse (thermomechanical analysis (TMA)). Die Nachteile konventioneller Prüfverfahren (z. B. Warmzugversuche) – insbesondere die unkontrollierte Änderung mikrostruktureller Gegebenheiten beim Erwärmen auf Prüftemperatur – werden dadurch vermieden.

Die Ergebnisse der Arbeit sollen somit eine mögliche Herangehensweise an eine grundlegende Untersuchung mechanischer Eigenschaften unter gleichzeitiger Berücksichtigung der zu Grunde liegenden Mikrostruktur aufzeigen und zugleich eine Datenbasis schaffen, die für eine Modellierung von Fließkurven durch physikalisch basierte Modelle genutzt werden kann.

3 Material und Methoden

3.1 Modelllegierungen

Zur Untersuchung des Einflusses einzelner Hauptlegierungselemente auf das Ausscheidungs- und Fließverhalten wurden Werkstoffe aus drei verschiedenen Legierungssystemen analysiert (Al-Mg, Al-Si, Al-Mg-Si). Hierzu sind Modelllegierungen hoher Reinheit mit unterschiedlichen Zusammensetzungen hinsichtlich der Hauptlegierungselemente Mg und Si angefertigt worden. Die Fertigung aller Werkstoffe erfolgte durch die *Hydro Aluminium Rolled Products GmbH (Research & Development)*. Zum einen wurden binäre Al-Mg- sowie Al-Si-Legierungen mit variierenden Elementkonzentrationen untersucht, um die Wirkungsweise der einzelnen Legierungskomponenten gezielt untersuchen zu können. Die kombinierte Wirkung beider Hauptlegierungselemente wurde darüber hinaus an einer Modelllegierung des Al-Mg-Si-Legierungssystems analysiert.

Die Untersuchung von Modelllegierungen ist von besonderer Bedeutung, da kommerzielle Werkstoffqualitäten neben den Hauptlegierungselementen stets auch Anteile von Begleitelementen aufweisen. Durch den Herstellungsprozess der Elektrolyse weisen die meisten Aluminiumlegierungen beispielsweise nicht unerhebliche Gehalte an Fe auf, wodurch es zu Bildung intermetallischer Primärphasen ($\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Si})$) sowie Sekundärphasen (Al_xFe) kommt. Auch das Zulegieren anderer Begleitelemente (z. B. Mn, Cr, Zr) führt zur Bildung thermisch stabiler, inkohärenter Sekundärphasen [9]. Auch wenn derartige Fremdphasen meist keinen direkten Festigkeitsbeitrag leisten, beeinflussen sie durch Reaktion mit Versetzungen das Verfestigungsverhalten. Darüber hinaus beeinflussen sie die Abschreckempfindlichkeit von Legierungen, da ihre Grenzflächen die Keimbildungsarbeit von Ausscheidungsphasen verringert (vgl. Kapitel 2.1). [7]

Somit wird deutlich, dass sich der direkte Einfluss einzelner Hauptlegierungselemente auf das Ausscheidungs- und Fließverhalten nur anhand von Modelllegierungen untersuchen lässt, bei denen der Anteil an Begleitelementen auf ein Minimum reduziert ist. Um eine Beurteilungsgrundlage für die Einflüsse einzelner Legierungselemente zu schaffen, ist es außerdem erforderlich, Referenzmaterialien heranzuziehen. Als Basiswerkstoff diente hierbei reines Aluminium mit zwei unterschiedlichen Reinheitsgraden. Für die experimentelle Bestimmung des Ausscheidungsverhaltens der Modelllegierungen wurde Al5N5 (Al99,9995) als Referenzwerkstoff verwendet. Aufgrund hoher Kosten solch reiner Metalle und einer zugleich höheren erforderlichen Probenanzahl, wurde bei der Untersuchung des Fließverhaltens mittels mechanischer Werkstoffprüfung auf Aluminium mit einer Reinheit von 99,99 % (Al4N) als Basiswerkstoff zurückgegriffen.

Die chemischen Zusammensetzungen aller untersuchten Werkstoffe wurden mittels optischer Emissionsspektrometrie (OES) ermittelt und sind in Tabelle 3.1 zusammengestellt. Zur quantitativen Beschreibung der Zusammensetzungen sind die Massenanteile w_{El} einzelner

Legierungselemente aufgelistet. Aufgrund der hohen Reinheit aller untersuchten Laborlegierungen erfolgt die Angabe der Massenanteile in ppm. Lediglich die variierten Hauptlegierungskomponenten, welche Gegenstand der systematischen Untersuchungen sind, werden in Prozent angegeben und sind hervorgehoben.

Tabelle 3.1: Massenanteile w_{El} enthaltener Legierungselemente der untersuchten Aluminiumlegierungen.

Werkstoff	Mg	Si	Fe (ppm)	Cu (ppm)	Mn (ppm)	Cr (ppm)	Ni (ppm)	Zn (ppm)	Ti (ppm)
Al5N5	0,4 ppm	0,7 ppm	0,4	< 0,2	< 0,1	< 0,1	< 0,2	< 1	< 0,1
Al4N	< 1 ppm	7 ppm	75	< 1	< 3	< 3	8	30	43
AlMg0,4	0,39 %	< 14 ppm	3	0,3	0,3	< 0,1	< 0,2	< 3	< 0,1
AlMg0,8	0,78 %	< 19 ppm	2	0,3	0,5	< 0,1	< 0,2	< 9	< 0,1
AlMg5	5,01 %	< 39 ppm	4	0,5	2	< 0,1	< 0,2	< 12	0,3
AlSi0,25	< 1 ppm	0,26 %	< 5	4	< 3	< 3	8	-	20
AlSi0,7	< 1 ppm	0,72 %	< 5	< 1	< 3	< 3	< 4	14	11
AlMg0,6Si0,8	0,59 %	0,79 %	< 10	< 5	< 5	< 5	< 5	< 10	< 2

Referenzwerkstoffe (Reinaluminium)

Die Referenzwerkstoffe wurden mittels Stranggießprozess mit direkter Kühlung (direct chill (DC) casting) urgeformt. Der Referenzwerkstoff Al5N5 lag als quaderförmiger Gussbarren vor, dessen genaue Fertigungsprozesskette nicht bekannt ist. Der Walzbarren aus Al4N wurde nach dem Stranggießprozess in weiteren Prozessschritten zu kaltgewalztem Blech verarbeitet, welches als Halbzeug für die Probenfertigung vorlag. Die Prozessparameter entsprachen dabei den für die binären Legierungen festgelegten Werten, welche im folgenden Absatz beschrieben werden. Durch die analoge Fertigungskette der binären Legierungen und des Referenzwerkstoffes Al4N konnten möglichst ähnliche Gefüge-Ausgangszustände sichergestellt werden, die für einen Vergleich mechanischer Kennwerte von großer Bedeutung sind. Mittlere Korngrößen im AZ des Werkstoffes Al4N sind der Tabelle 4.1 des Ergebniskapitels dieser Arbeit zu entnehmen.

Binäre Laborlegierungen (Al-Mg / Al-Si)

Alle binären Legierungen wurden aus Reinaluminium (Al5N) und hochreinen Legierungselementen Mg bzw. Si hergestellt. Die Beimengungen an Mg und Si wurden dabei so gewählt, dass die resultierenden Legierungselementkonzentrationen Größenordnungen aufweisen, welche in technischen Al-Mg-Si-Legierungen Verwendung finden. Die Massenanteile der zwei niedriglegierten Al-Mg-Legierungen AlMg0,4 und AlMg0,8 liegen unterhalb der Gleichgewichtslöslichkeit von Mg bei RT (siehe Kapitel 2.1.3). Um Aussagen über das Phasenumwandlungsverhalten im Legierungssystem Al-Mg treffen zu können und die Fließspannungserhöhung bei deutlich größerer Fremdatomkonzentration in Lösung zu untersuchen, wurde daher auch eine höherlegierte Variante AlMg5 analysiert.

Mittels DC casting wurden aus allen Legierungen zunächst Walzbarren mit rechteckigem Querschnitt (80 mm × 60 mm) gegossen, welche anschließend bei 500 °C für 12 h homogenisiert wurden. Die Stranggussbarren wurden bei einer Temperatur von 400 °C auf eine Warmbanddicke von 40 mm warmgewalzt. Die warmgewalzten Bleche sind einer weiteren Wärmebehandlung bei 450 °C für 24 h unterzogen und anschließend in Wasser abgeschreckt worden. Bei RT erfolgte dann ein Kaltwalzprozess mittels Laborwalze in sieben Stichen ohne Zwischenglühen. Als Ausgangsmaterial für die Probenherstellung dienten die kaltgewalzten Bleche mit Dicken von etwa 16 mm und Breiten von 80 mm.

Angaben zu mittleren Korngrößen der Legierungen im AZ sind Tabelle 4.2 (Al-Mg) und Tabelle 4.4 (Al-Si) zu entnehmen. Es sei angemerkt, dass sinnvolle Angaben aufgrund der teils sehr großen Kornabmessungen nicht in allen Fällen möglich waren.

Ternäre Laborlegierung (Al-Mg-Si)

Die ternäre Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} wurde ebenfalls aus Reinaluminium (Al5N) und Zusätzen von hochreinen Legierungselementen Mg bzw. Si hergestellt. Im Stranggussverfahren wurde in einem ersten Schritt ein Pressbolzen hergestellt. Im Anschluss erfolgte eine Homogenisierungsglühung bei 530 °C für 24 h. Der homogenisierte Pressbolzen wurde mittels Strangpressverfahren zu einem quaderförmigen Vollprofil (50 mm × 20 mm) gepresst. Die Legierung weist Mg- bzw. Si-Gehalte < 1 ma.% auf, was auch für die meisten genormten Konstruktionslegierungen gilt. Ebenso wie bei vielen technischen Legierungen liegt ein Si-Überschuss über die stöchiometrische Zusammensetzung Mg₂Si (Mg:Si = 1,73:1) hinaus vor. Es ist bekannt, dass ein Si-Überschuss die Löslichkeit von Mg₂Si nur wenig beeinträchtigt, jedoch die Ausscheidungskinetik beeinflusst [7]. Die mittleren Korngrößen der Legierung im AZ sind in Tabelle 4.8 zusammengetragen.

3.2 Differential Scanning Calorimetry

Grundlagen

Die dynamische Differenzkalorimetrie (differential scanning calorimetry (DSC)) ist ein Verfahren der thermischen Analyse, mit dem sich physikalische Eigenschaften als Funktion der Temperatur bestimmen lassen. Die Möglichkeit, thermische Effekte über einen großen Temperaturbereich zu erfassen, wird bei Untersuchungen an metallischen Werkstoffen häufig genutzt, um Festphasenumwandlungen zu charakterisieren und deren Kinetik zu bestimmen. Das grundlegende Messprinzip besteht darin, die Differenz der Energiezufuhr (Wärmestrom) zu einer Substanz und einem inerten Referenzmaterial als Funktion der Temperatur zu messen, während beide Materialien einem geregelten Temperaturprogramm unterworfen sind. Die Proben befinden sich dabei in einer geregelten Umgebung (Ofen) und folgen passiv der Umgebungstemperatur. Die Messung basiert dabei auf folgender Beziehung [154]:

$$\Phi = \left(\frac{dQ}{dt} \right)_p = C_p \frac{dT}{dt} = c_p m \dot{T} \quad (\text{Gleichung 3.1}).$$

Der Wärmestrom Φ ergibt sich aus der ausgetauschten Wärme dQ pro Zeiteinheit dt , welche wiederum von der Wärmekapazität C_p (hier: konstanter Druck) des Materials und der Rate der Temperaturänderung (Scanrate \dot{T}) abhängt. Durch Einführung der thermodynamischen Stoffeigenschaft c_p (spezifische Wärmekapazität) wird deutlich, dass das gemessene Wärmestromsignal auch von der Masse m der Substanz abhängt.

Ein großer Vorteil der DSC-Messtechnik besteht somit darin, dass das Messsignal eine direkte Beziehung zu physikalischen Stoffeigenschaften aufweist. Da ein DSC üblicherweise bei konstantem Druck betrieben wird, ist der Wärmestrom zudem gleichbedeutend mit einer Enthalpieänderung der Substanz, sodass sich der Wärmestrom auch wie folgt beschreiben lässt:

$$\Phi = \left(\frac{dQ}{dt} \right)_p = \frac{dH}{dt} \quad (\text{Gleichung 3.2}).$$

Aufgrund der Differenzbauweise von DSC-Geräten lässt sich die Wärmestromdifferenz zwischen der Probe (P) und der Referenz (R) heranziehen, um durch Reaktionen in der Analysesubstanz hervorgerufene Enthalpieänderungen zu analysieren:

$$\Delta \left(\frac{dH}{dt} \right) = \left(\frac{dH}{dt} \right)_p - \left(\frac{dH}{dt} \right)_R \quad (\text{Gleichung 3.3}).$$

Hierbei wird ausgenutzt, dass durch physikalische Umwandlungen in einem Material (z. B. Phasenumwandlungen) stets thermische Effekte hervorgerufen werden. Laufen in der Analysesubstanz endotherme oder exotherme Reaktionen ab, ändert sich die Menge an ausgetauschter Wärme zwischen der Umgebung und der Probe. Da das inerte Referenzmaterial im zu untersuchenden Temperaturbereich üblicherweise keine reaktionsbedingten thermischen Effekte aufweist, lässt sich der Reaktionswärmestrom und letztlich die Reaktionsenthalpie messtechnisch erfassen. Bei einer endothermen Reaktion muss der Analysesubstanz Energie in Form von Wärme zugeführt werden. Da die Wärme aus der Umgebung aufgenommen wird, muss sich der Wärmestrom zur Probe erhöhen, um ihr weiterhin eine definierte Temperaturänderung aufzuprägen. Die Wärmestromdifferenz $\Delta(dH/dt)$ und somit auch die Reaktionsenthalpie werden positiv. Läuft in der Analysesubstanz hingegen eine exotherme Reaktion ab, wird Energie in Form von Wärme an die Umgebung abgegeben. Die Wärmestromdifferenz ist negativ, sodass die Reaktionsenthalpie einen negativen Wert annimmt.

Da die Enthalpieänderung ΔH im Zusammenhang mit der Änderung der freien Enthalpie ΔG steht, welche als treibende Kraft für Phasenumwandlungsreaktionen angesehen werden kann (Kapitel 2.1.1), eignet sich die DSC sehr gut zur Untersuchung von Umwandlungsreaktionen. Das genaue Messverfahren zur Bestimmung der Wärmestromdifferenz hängt vom verwendeten DSC-Gerät ab. Die Funktionsweise unterschiedlicher DSC-Gerätetypen ist beispielsweise in [155–157] beschrieben. Aufgrund der Zwillingsbauweise, bei welcher zwei gleichartige Messsysteme in Differenz geschaltet sind, ist die Sicherstellung der thermischen Symmetrie zwischen den Messsystemen unabhängig vom Gerätetyp von enormer Bedeutung, wenngleich sich eine perfekte Symmetrie nicht realisieren lässt. Da die Messsysteme zudem

nicht ideal abgeschlossen sind, können Einflüsse von außen die Messergebnisse verfälschen. Derartige Fehler lassen sich durch eine Basislinienmessung korrigieren. Als Basislinienmessung wird in dieser Arbeit eine Messung definiert, bei welcher eine Referenzprobe gegen eine zweite Referenzprobe (R–R) gemessen wird. Diese Messung erfolgt mit dem identischen Temperaturprogramm der Probenmessung. Da in dem inerten Referenzmaterial keine Reaktionen auftreten, lassen sich geräte- und umgebungsbedingte Einflüsse korrigieren, indem man die Messkurve der Basislinie (R–R) von der Messkurve der Probenmessung (P–R) subtrahiert. Um Versuche mit unterschiedlichen Scanraten \dot{T} und Probenmassen m korrekt interpretieren zu können, empfiehlt sich darüber hinaus eine Normierung der gemessenen Daten bezüglich dieser beiden Parameter. Hieraus ergibt sich die Differenz der spezifischen Wärmekapazitäten Δc_p zwischen Probenwerkstoff und Referenzmaterial:

$$\Delta c_p = \frac{\Delta \left(\frac{dH}{dT} \right)_{P-R} - \Delta \left(\frac{dH}{dT} \right)_{R-R}}{m \dot{T}} \quad (\text{Gleichung 3.4}).$$

Ein Vorteil in der Betrachtung des spezifischen Wärmekapazitätsunterschieds ist neben der Vergleichbarkeit verschiedener Versuche insbesondere die Möglichkeit, Reaktionsenthalpien direkt aus den DSC-Messkurven zu bestimmen. Da die Temperatur bei Anwendung einer konstanten Scanrate linear von der Zeit abhängt, können Enthalpieänderungen aufgrund von Reaktionsprozessen durch eine Integration von Δc_p über ein festgelegtes Temperaturintervall bestimmt werden:

$$\Delta h = \int_{T_1}^{T_2} \Delta c_p dT \quad \left(\text{bzw.} \quad \Delta H = \int_{T_1}^{T_2} \Delta C_p dT \right) \quad (\text{Gleichung 3.5}).$$

Die DSC eignet sich somit hervorragend dazu, den Energieumsatz einer bei konstantem Druck ablaufenden Reaktion zu bestimmen und den Reaktionstyp festzustellen (endotherme Rkt.: $\Delta H > 0$; exotherme Rkt.: $\Delta H < 0$).

Mit dem Hintergrund, dass Festphasenumwandlungen in Aluminiumlegierungen messtechnisch erfassbare thermische Effekte hervorrufen, lassen sich Temperaturbereiche verschiedener Reaktionen und Reaktionsintensitäten (z. B. Bildungs- bzw. Lösungsenthalpien von Ausscheidungsphasen) mithilfe von DSC-Experimenten bestimmen. Die DSC wurde daher bereits von vielen Autoren als Messprinzip zur Charakterisierung des Ausscheidungs- und Auflösungsverhaltens von Aluminiumlegierungen herangezogen. Einen umfassenden Überblick über wichtige Aspekte bei der Analyse von Aluminiumlegierungen mittels DSC und eine Zusammenfassung bedeutender Veröffentlichungen auf diesem Gebiet gibt Starink [158]. Milkereit et al. haben die Methodik gezielt weiterentwickelt, um das Ausscheidungsverhalten verschiedener Aluminiumlegierungen beim Abkühlen von Lösungsglühbedingungen zu analysieren (z. B. [66,159,160]).

Die DSC-Experimente in dieser Arbeit dienen dazu, die Abhängigkeit des Ausscheidungsverhaltens verschiedener Legierungen bei kontinuierlicher Abkühlung nach dem Lösungsglühen zu untersuchen. Insbesondere sollte analysiert werden, welchen Einfluss die Legierungszusammensetzung und die Abkühlgeschwindigkeit auf Ausscheidungsreaktionen besitzen. Die Kenntnis ablaufender Phasenumwandlungsreaktionen ist zudem eine Grundvoraussetzung für die Einstellung und mechanische Prüfung definierter Werkstoffzustände.

Methodik

Um ein möglichst umfangreiches Verständnis über das Ausscheidungsverhalten zu erlangen ist es erforderlich, eine große Bandbreite an Kühlgeschwindigkeiten zu untersuchen [66,159–161]. Experimente wurden daher sowohl in Leistungskompensations-Differenz-Kalorimetern als auch in Wärmestrom-Differenz-Kalorimetern durchgeführt, welche unterschiedliche charakteristische Scanratenbereiche aufweisen. Insgesamt kamen drei verschiedene DSC-Geräte zum Einsatz: *PerkinElmer Pyris Diamond DSC*, *Setaram DSC 121* und *Setaram DSC C600*. Durch die Anwendung des Wärmestrom-DSC-Gerätes *Setaram DSC C600* konnte der bisher untersuchbare Kühlgeschwindigkeitsbereich zur Untersuchung von Aluminiumlegierungen (siehe [160]) um etwa eine Größenordnung hin zu langsameren Raten erweitert werden. Bei der Versuchsführung wurde darüber hinaus zwischen einer direkten (in-situ) Erfassung von Ausscheidungsreaktionen und einer indirekten Analyse des Ausscheidungsverhaltens unterschieden. Die hier neu eingeführte indirekte Messmethodik ermöglicht eine zusätzliche Erweiterung der untersuchbaren Geschwindigkeitsbandbreite, wodurch Aluminiumlegierungen über nahezu den gesamten physikalisch relevanten Kühlratenbereich einer thermischen Analyse mittels DSC zugänglich sind. Die indirekte Messmethodik eignet sich insbesondere dazu, Reaktionsenthalpien von gleichgewichtsnahen Festphasenumwandlungen bei der Abkühlung zu bestimmen.

Eine schematische Darstellung der realisierten Temperatur-Zeit-Verläufe für beide Messverfahren ist in Abbildung 3.1 wiedergegeben. Die Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K ist für beide Versuchsvarianten farblich hervorgehoben, da dieser Parameter systematisch variiert worden ist. Auf die Details der direkten und indirekten Versuchsführung wird im Folgenden eingegangen. Die direkte Versuchsführung zur in-situ Charakterisierung von Ausscheidungsreaktionen beim Abkühlen (Abbildung 3.1 a) folgte im Wesentlichen der Methodik von Milkereit [160]. Dabei wurde die gesamte Wärmebehandlung mittels DSC vorgenommen. Die Proben wurden zunächst mit einer gerätespezifischen Erwärmgeschwindigkeit \dot{T}_E auf Lösungsglühtemperatur T_{LG} erwärmt und dort isotherm gehalten. Anschließend wurden die Proben mit variierender Geschwindigkeit \dot{T}_K linear auf RT abgekühlt. Das DSC-Messsignal des Abkühlsegmentes wurde ausgewertet, um Temperaturbereiche und Intensitäten (spezifische Enthalpieänderung Δh_K) ablaufender Umwandlungsreaktionen zu bestimmen.

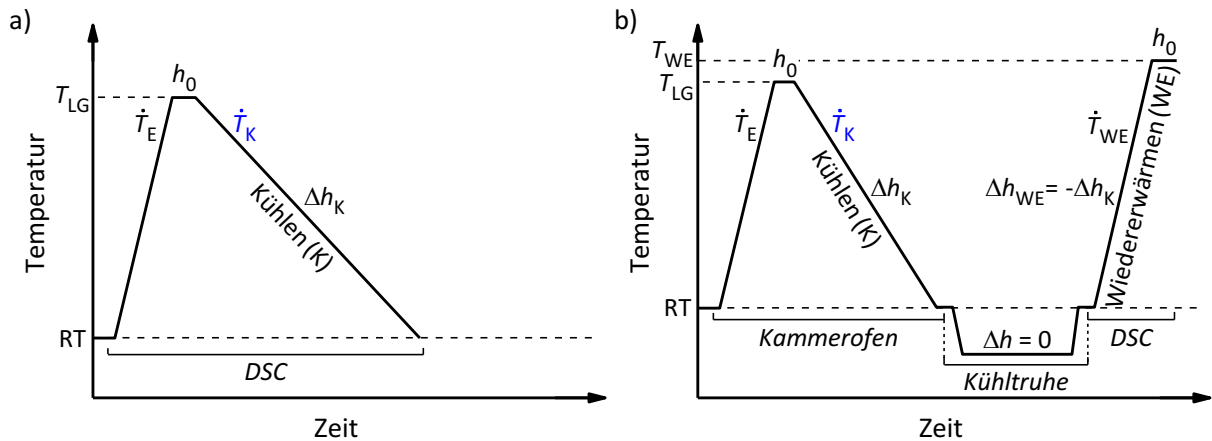


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung von Temperatur-Zeit-Verläufen der DSC-Untersuchungen. Variierte Parameter sind blau hervorgehoben.

a) Direkte Versuchsführung (in-situ Abkühlexperimente)

b) Indirekte Versuchsführung (Wiedererwärmexperimente)

Die indirekte Versuchsführung (Abbildung 3.1 b) wurde angewendet, um gleichgewichtsnaher Phasenumwandlungen beim Abkühlen von Aluminiumlegierungen untersuchen zu können. Insbesondere bei Legierungen mit einer sehr trägen Reaktionskinetik können derartige Umwandlungsreaktionen auch mit Geräten, die dem neusten Stand der Technik entsprechen, nicht direkt messtechnisch erfasst werden. Das Wärmestromsignal hängt von der spezifischen Wärmekapazität der Probe, ihrer Masse und letztlich von der Scanrate ab (vgl. Gleichung 3.1). Da die spezifische Wärmekapazität durch das Probenmaterial definiert ist und die Masse der Probe aus der Probengeometrie resultiert, verringert sich das Messsignal mit abnehmender Scanrate kontinuierlich. Durch die Verschlechterung des Signal-Rausch-Verhältnisses lassen sich nicht beliebig langsame Scanraten umsetzen. Eine weitere Schwierigkeit liegt in den sehr langen Experimentlaufzeiten bei Anwendung gleichgewichtsnaher Kühlgeschwindigkeiten, die eine statistisch abgesicherte Analyse oft nicht zulassen.

Die indirekte Messmethodik ermöglicht es, beiden Problemen zu begegnen. Über eine indirekte Messung lassen sich dabei Informationen über die Enthalpieänderungen beim Abkühlen Δh_K aus DSC-Wiedererwärmexperimenten ableiten. Die Methode basiert auf der Tatsache, dass die Gesamtenthalpieänderung eines Systems in einem geschlossenen thermodynamischen Zyklus null wird ($\Delta h = 0$), sofern sich das System zu Beginn und nach Abschluss des Zyklus im Gleichgewicht befindet [161]. Mögliche Enthalpieänderungen für die Anwendung der indirekten Methode sind ebenfalls in Abbildung 3.1 b gekennzeichnet. Nach Abschluss der ersten Lösungsglühung befindet sich die Probe in einem Gleichgewichtszustand, welchem hier per Definition ein absoluter Enthalpiewert $h_0 = 0$ zugeordnet wird. Während des Abkühlvorganges auf RT kommt es zu exothermen Ausscheidungsreaktionen, die eine negative Änderung der spezifischen Enthalpie Δh_K bewirken. Unter der Voraussetzung, dass ein auf den Kühlvorgang folgender Erwärmprozess zum selben Gleichgewichtszustand h_0 führt, muss die Summe der Enthalpieänderungen beim Kühlen Δh_K und beim Wiedererwärmen Δh_{WE} null ergeben ($\Delta h_K + \Delta h_{WE} = 0$). Eine wesentliche Bedingung

hierbei ist, dass sämtliche Umwandlungsreaktionen zwischen dem Abkühlen und dem Erwärmen unterdrückt werden und somit keine zusätzlichen Enthalpieänderungen zugelassen werden (Tiefkühlen).

In einer zuvor abgekühlten Probe lässt sich beim Wiedererwärmen eine definierte Sequenz an exothermen und endothermen Reaktionsprozessen messtechnisch erfassen. Der Gleichgewichtszustand kann eingestellt werden, solange alle Reaktionen vor Erreichen der maximalen Temperatur des Erwärmsegmentes T_{WE} abgeschlossen sind. Die Maximaltemperatur T_{WE} muss demnach über der erwärmgeschwindigkeitsspezifischen Solvustemperatur der Legierung liegen. Tritt dieser Fall ein, konnten alle Ausscheidungen, die während der Abkühlung oder beim Wiedererwärmen gebildet worden sind, aufgelöst werden und der vollständige MK mit einem Enthalpiewert $h_0 = 0$ ist wiederhergestellt. Solange sich durch das Wiedererwärmen ein Gleichgewichtszustand einstellen lässt, kann Δh_K somit direkt aus den DSC-Kurven des Wiedererwärmsegmentes bestimmt werden ($\Delta h_K = -\Delta h_{WE}$).

Der wesentliche Vorteil der vorgestellten indirekten Methode besteht somit darin, dass durch Festphasenumwandlungen hervorgerufene Enthalpieänderungen auch für Abkühlraten bestimmt werden können, die sich der Möglichkeit einer direkten Messung entziehen. Informationen über die Anzahl der beim Kühlen auftretenden Reaktionen und deren Temperaturbereiche lassen sich hingegen nicht gewinnen. Ein weiterer Vorteil betrifft jedoch die enorme Verkürzung der tatsächlich im DSC anfallenden Messdauer, da der erste Wärmebehandlungszyklus simultan an mehreren Proben in einem geeigneten Ofen durchgeführt werden kann.

Versuchsdurchführung

Für die DSC-Versuche wurden Proben (Al-Mg-, Al-Si-, Al-Mg-Si-Legierungen) sowie Referenzproben (Al5N5) in gerätespezifischen Abmessungen gefertigt (Abbildung 3.2). Die Fertigung erfolgte durch spanende Bearbeitung, wobei die Probenentnahme (Probenlängsachse) stets quer zur Hauptumformrichtung des Halbzeugs erfolgte. Vor jedem Experiment wurde die Masse der Probe durch manuelles Schleifen mit SiC-Schleifpapier an die Masse der Referenzproben angeglichen. Die Proben wurden anschließend für etwa 30 s in einem Ultraschallbad unter Anwendung von Ethanol gereinigt. Mittels einer *Sartorius-Präzisionswaage* der Firma *Omnilab* (Probenmasse < 100 mg) bzw. einer *Analysewaage AG245* der Firma *Mettler-Toledo* (Probenmasse > 100 mg) wurde die Probenmasse m bestimmt. Unabhängig von der Versuchsführung (direkt/indirekt) wurden Probenmessungen (P-R) und Basislinienmessungen (R-R) unter den in [160] beschriebenen Randbedingungen bei konstantem Umgebungsdruck durchgeführt.

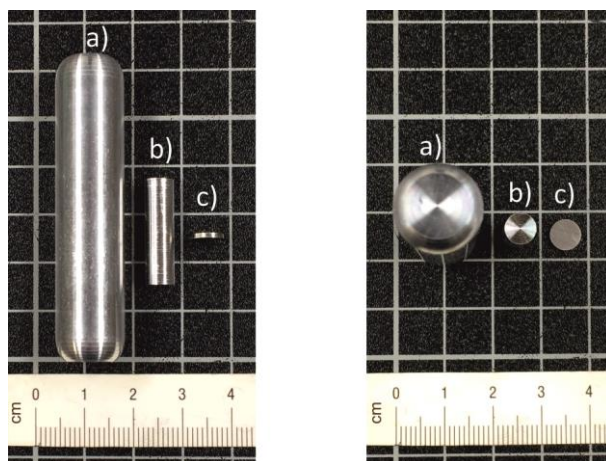


Abbildung 3.2: Verwendete Probengeometrien für unterschiedliche DSC-Geräte.

- a) *Setaram DSC C600* (\varnothing 13,8 mm, l = 60,5 mm)
- b) *Setaram DSC 121* (\varnothing 6,1 mm, l = 21,65 mm)
- c) *PerkinElmer Pyris Diamond DSC* (\varnothing 6,4 mm, l = 1 mm)

Für Experimente im Leistungskompensations-DSC *PerkinElmer Pyris Diamond DSC* wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von \varnothing 6,4 mm und einer Länge von l = 1 mm verwendet. Um die Mikroöfen des DSC vor Diffusion zu schützen und die durch gerätebedingte Störquellen stets vorhandene Kurvenverkrümmung zu minimieren, befanden sich sowohl Referenzmaterial als auch Probenmaterial während der Versuche in Standard-Tiegeln aus Reinaluminium mit einer Masse von etwa 17 mg, welche mit einem zusätzlichen Plättchen aus gleichem Material abgedeckt wurden. Während eines Versuchs wurden beide Mikroöfen von Stickstoff umspült, um möglichst gleichbleibende Umgebungsbedingungen sicherzustellen. Zur Wahrung des symmetrischen Messaufbaus wurden Probe und Referenz stets möglichst zentrisch in den Mikroöfen positioniert. Mithilfe von Markierungen wurden die Deckel der Mikroöfen zudem stets gleich ausgerichtet, sodass eine Rotation, welche ebenfalls eine Störung der Symmetrie hervorrufen würde, vermieden wird.

Die Proben für Versuche im *Setaram DSC 121* wiesen Abmessungen von \varnothing 6,1 mm und l = 21,65 mm auf. Während der Messungen waren die Proben von zwei Tiegeln aus Reinaluminium (\approx 390 mg) umschlossen. Die Tiegel hatten erneut zum Ziel, Wärmestrahlungsverluste der Proben aufgrund von Oberflächenreaktionen/-verfärbungen zu verringern und die Kurvenverkrümmungen der Messungen zu minimieren. Die Blocktemperatur des DSC-Gerätes wurde mittels eines Kälte-Umwälzthermostates auf 10 °C gehalten. Auf eine Gasspülung des Messsystems wurde verzichtet. Um möglichst gleichbleibende Umgebungsbedingungen sicherzustellen, wurde das DSC in einer mit Trockenluft gespülten Acrylglasbox betrieben.

Proben, die im *Setaram DSC C600* untersucht worden sind, hatten einen Durchmesser von \varnothing 13,8 mm und eine Länge von l = 60,5 mm. Die zylindrischen Proben waren an ihren Enden durch Radien abgerundet (siehe Abbildung 3.2). Vor den Versuchen wurden die Proben in konventioneller Aluminiumfolie mit Abmessungen von etwa 78 mm \times 50 mm (\approx 110 mg) verpackt und in Standardmesszellen (siehe Abbildung 3.3 b) positioniert.

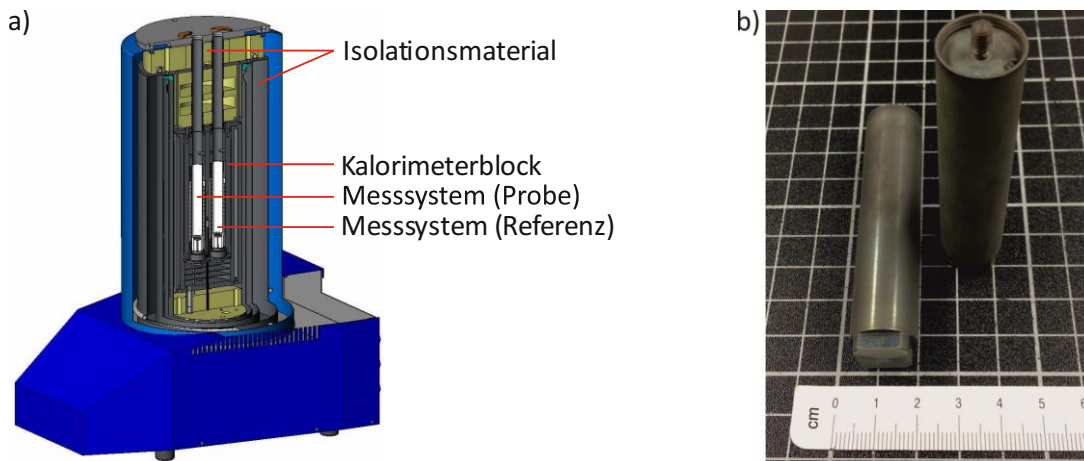


Abbildung 3.3: Aufbau des Setaram DSC C600.

a) Schematische Darstellung des Setaram DSC C600 (nach [162], S. 16)

b) Messzellen des Setaram DSC C600 für Versuchs-durchführungen bei Umgebungsdruck

Der Kalorimeterblock wurde durch ein Kälte-Umwälzthermostat temperiert, wobei die Temperatur des Thermofluids auf 0 °C geregelt wurde. Durch die Bauweise des DSC C600 (Abbildung 3.3 a) sind die Messsysteme von Probe und Referenz sehr gut von der Umgebung isoliert. Da das Gerät zudem in einer sehr genau temperierten (geringe Schwankungen von Temperatur und Luftfeuchtigkeit) Umgebung betrieben worden ist, wurde auf zusätzliche Maßnahmen zur Sicherstellung konstanter Umgebungsbedingungen verzichtet.

Unabhängig vom Messgerät und der Versuchsmethodik (direkt/indirekt) wurde die Lösungsglühung für alle Al-Si- und Al-Mg-Si-Legierungen bei $T_{LG} = 540\text{ °C}$ durchgeführt. Für Al-Mg-Legierungen wurde eine Lösungsglühtemperatur von $T_{LG} = 340\text{ °C}$ gewählt. Um Anschmelzungen von Gefügebestandteilen zu verhindern, wurde die Lösungsglühung bei einer Temperatur unterhalb der eutektischen Temperatur des Al-Mg-Systems ($T_{eut} = 450\text{ °C}$) vorgenommen (vgl. Abbildung A.1). Nichtsdestotrotz erfolgte die Lösungsglühung für alle Al-Mg-Legierungen im Einphasengebiet des α -MK, sodass alle Legierungselementatome gelöst werden können. Bei direkter Versuchsführung betrug die Lösungsglühdauer für alle Legierungen $t_{LG} = 20\text{ min}$. Lediglich bei Versuchen am Setaram DSC C600 wurde die Lösungsglühdauer aufgrund der thermischen Trägheit des Gerätes auf $t_{LG} = 120\text{ min}$ verlängert. Diese Zeitspanne wird benötigt, bis sich ein thermisches Gleichgewicht innerhalb des Messsystems einstellt. Ein Gleichgewicht im System ist für die fehlerfreie Auswertung von wesentlicher Bedeutung. Eine Zusammenstellung der genauen Angaben zu verwendeten Scanraten beim Erwärmen/Abkühlen für die direkte Versuchsführung und zu den Lösungsglühparametern ist Tabelle 3.2 zu entnehmen. Je Parametersatz (Abkühlgeschwindigkeit) wurden mindestens drei Versuche durchgeführt.

Tabelle 3.2: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von in-situ Abkühlexperimenten mittels DSC (direkte Versuchsführung).

Versuchsparameter	PerkinElmer Pyris Diamond DSC	Setaram DSC 121	Setaram DSC C600
Erwärmgeschwindigkeit \dot{T}_E	2 K/s	0,1 K/s	10^{-2} K/s
Lösungsglühtemperatur T_{LG} Al-Si / Al-Mg-Si Al-Mg	540 °C 340 °C		
Lösungsglühdauer t_{LG}	20 min		120 min
Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K	0,3 – 3 K/s	$10^{-2} - 0,1$ K/s	$10^{-3} - 5 \cdot 10^{-3}$ K/s

Bei der indirekten Versuchsführung wurde der erste Wärmebehandlungszyklus in einem Kammerofen *Carbolite CWF 11/13* mit geregelter Passivkühlung (Kaskadenregelung mittels *Invensys Eurotherm nanodac™ Schreiber/Regler*) realisiert. Hierbei erfolgte die Lösungsglühung stets für eine Dauer von $t_{LG} = 20$ min. Nach der Lösungsglühung wurden die Proben im Ofen mit linearer Rate auf RT abgekühlt. Aufgrund der hohen Sauerstoffaffinität von Aluminium bildet sich auf der Oberfläche in normaler Luftumgebung eine dichte Aluminiumoxidschicht (amorphes Al_2O_3) aus. Die Wachstumsrate dieser Oxidschicht ist unter anderem von der Temperatur und der Legierungszusammensetzung abhängig. Es ist bekannt, dass die Oxidschicht bei höheren Temperaturen zunehmend kristallinen Charakter annimmt und gleichzeitig größere Schichtdicken erreicht werden [7]. Die Oxide von Legierungselementen und Gefügebestandteilen wie Ausscheidungsphasen werden ebenfalls in die Oxidschicht eingebaut, sodass es zur Bildung von Mischoxiden kommt [6]. Im Hinblick auf die sehr langen Glühzeiten bei Wärmebehandlungen im Ofen, besteht somit die Gefahr, dass Oxidationsreaktionen verstärkt ablaufen und die Oxidschichtbildung Einfluss auf die chemische Zusammensetzung der Basiswerkstoffe und deren Gefügeausbildung nimmt. Aus diesem Grund wurden alle Proben, die einer Wärmebehandlung im Ofen unterzogen worden sind, zuvor unter Vakuumatmosphäre in Quarzglasampullen eingeschweißt. Nach Durchführung des ersten Wärmebehandlungszyklus wurden die Proben aus den Quarzglasampullen entnommen und bei einer Temperatur von $T \approx -80$ °C zwischengelagert, um der Forderung, keine weiteren Enthalpieänderungen vor dem Wiedererwärmen zuzulassen ($\Delta h = 0$), nachzukommen.

Basierend auf Vorversuchen (für Details siehe Kapitel 4.3.1) wurde festgelegt, das Wiedererwärmen der Proben im *Setaram DSC C600* mit einer Erwärmgeschwindigkeit von $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3}$ K/s bis zu einer Maximaltemperatur $T_{WE} = 570$ °C durchzuführen. Diese Parameter wurden gewählt, da sich mit ihnen einerseits Messresultate hoher Qualität (gutes Signal-Rausch-Verhältnis) erzielen lassen und andererseits die wesentliche Grundlage für die Messmethodik sichergestellt werden konnte, vor Erreichen der maximalen Temperatur T_{WE} alle Reaktionen abzuschließen. Unabhängig von der zuvor applizierten, variierenden Kühlgeschwindigkeit gelang es somit, beim Erwärmen erneut den Gleichgewichtszustand des vollständigen MK herzustellen.

Tabelle 3.3: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von Wiedererwärmexperimenten (indirekte Versuchsführung).

Versuchsparameter	Ofen	Setaram DSC C600
Erwärmgeschwindigkeit \dot{T}_E	$\approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ K/s}$	-
Lösungsglühtemperatur T_{LG} Al-Si	540 °C	-
Lösungsglühdauer t_{LG}	20 min	-
Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K	$3 \cdot 10^{-5} - 10^{-2} \text{ K/s}$	-
Wiedererwärmgeschwindigkeit \dot{T}_{WE}	-	$3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$
max. Temperatur beim Wiedererwärmen T_{WE}	-	570 °C

Die Wärmebehandlungsparameter aller Prozessschritte der indirekten Versuchsführung fasst Tabelle 3.3 nochmals zusammen. Für jeden Werkstoffzustand (Variation der Abkühlgeschwindigkeit) wurden mindestens zwei Wiedererwärmversuche im DSC durchgeführt.

Auswertung der Messdaten

Aus den DSC-Messdaten wurde stets die temperaturabhängige, spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p zwischen Probe und Referenz bestimmt (siehe oben). Die detaillierte Vorgehensweise der Auswertung orientierte sich an dem in [160] bzw. [163] beschriebenen Verfahren. Trotz der sehr ähnlichen Wärmekapazitäten der untersuchten Aluminiumlegierungen und Reinaluminium ergeben sich auch nach Bereinigung der Probenmessung mit der zugehörigen Basislinienmessung Unterschiede im gemessenen Wärmestromsignal in reaktionsfreien Bereichen. Diese resultieren neben der Wärmekapazitätsdifferenz auch aus einem nicht perfekt symmetrischen Versuchsaufbau (z. B. minimal variierende Positionierung der Proben) und somit nicht aus ablaufenden Umwandlungsreaktionen. Für eine gemessene DSC-Kurve ist dies in Abbildung 3.4 verdeutlicht. Aufgrund der Tatsache, dass die Wärmekapazitätsdifferenzen der untersuchten Werkstoffe zum Referenzmaterial gering sind, lassen sich Polynome konstruieren, welche die resultierenden Wärmestromdifferenzen beschreiben [79]. Die Konstruktion dieser Polynome erfolgte mit der Datenauswertungssoftware *Origin*. Es wurden zweifelsfrei definierbare, reaktionsfreie Bereiche der Messkurve herangezogen, um mittels Regressionsanalyse Polynome 3. Ordnung zu konstruieren, welche die Grundkrümmung der Messkurven präzise erfassen. Die konstruierten Polynome nähern die Peakgrundlinie bestmöglich an und können für eine Entkrümmung der DSC-Kurven herangezogen werden. Die prinzipielle Vorgehensweise bei der Entkrümmung ist ebenfalls in Abbildung 3.4 dargestellt.

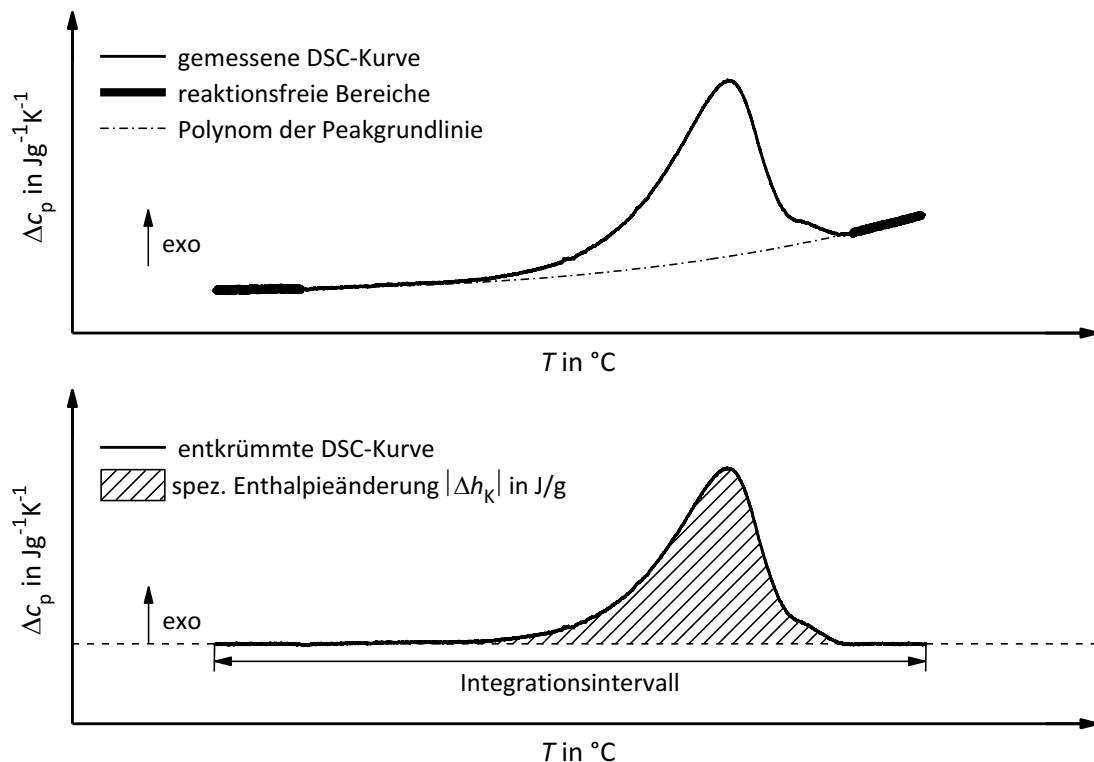


Abbildung 3.4: Vorgehensweise bei der Datenauswertung zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p (Kurvenentkrümmung) und der spezifischen Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ (Integration) aus den gemessenen DSC-Kurven.

Gemäß Gleichung 3.5 kann die spezifische Enthalpieänderung Δh durch Integration der spezifischen Wärmekapazitätsdifferenz über der Temperatur bestimmt werden. Zur Berechnung von Δh_K nach Abkühlung auf RT wurden Integrationsintervalle festgelegt, welche den gesamten Reaktionsbereich abdecken (siehe Abbildung 3.4). Die Auswertung der indirekten DSC-Messungen erfolgte analog zu der hier beschriebenen Vorgehensweise. Die DSC-Messsignale wurden ebenfalls entkrümmt. Eine Integration über alle Reaktionsbereiche ergibt anschließend die Änderung der spezifischen Enthalpie beim Wiedererwärmen Δh_{WE} . Sowohl bei direkter als auch indirekter Messmethodik wurden die Enthalpieänderungen für jede Einzelmessung im DSC bestimmt. Alle sich aus Versuchswiederholungen ergebenden Messwerte für einen identischen Parametersatz wurden für die Berechnung von Mittelwerten herangezogen. Auf eine genaue Angabe der Messunsicherheit wurde aufgrund der zum Teil subjektiven Auswertung (Entkrümmung durch Polynomfunktionen) verzichtet. Unter Berücksichtigung der sehr guten Reproduzierbarkeit von Einzelmessungen wurde abgeschätzt, dass die Abweichungen der Messgröße zum Mittelwert einen Betrag von $\pm 5\%$ nicht übersteigen. Die Nachweisgrenze von Reaktionen wurde in Analogie zu [159] auf einen Wert der Enthalpieänderung von $\Delta h = 0,1 \text{ J/g}$ festgelegt.

3.3 Mikrostrukturanalytik

Um ein möglichst vollständiges Verständnis über die Mikrostrukturentwicklung der untersuchten Legierungen beim Abkühlen vom Lösungsglühen zu erhalten, wurden neben

den kalorimetrischen Experimenten umfangreiche Gefüge- bzw. Mikrostrukturuntersuchungen durchgeführt. Hierfür kamen überwiegend metallografische Verfahren zum Einsatz. Mittels Metallografie erfolgten sowohl qualitative als auch quantitative Beschreibungen verschiedener Gefügebestandteile mithilfe abbildender mikroskopischer Verfahren. Für die Gefügeuntersuchungen wurde neben der Lichtmikroskopie (LM) auch auf die Elektronenmikroskopie (EM) zurückgegriffen. Es handelt sich um etablierte metallografische Arbeitsverfahren, deren Grundlagen in Standardwerken ausführlich dokumentiert sind (z. B. [164–168]). Durch die detaillierte Werkstoffcharakterisierung sollten Rückschlüsse auf Zusammenhänge zwischen der chemischen Zusammensetzung der Legierungen, ihrer Ausgangszustände und der durch gezielte Wärmebehandlungen hervorgerufenen Gefügeausbildung gezogen werden. Die metallografischen Analysen bilden darüber hinaus eine Grundlage dafür, die Struktur-Eigenschafts-Beziehungen der Legierungen zu verstehen und dadurch Kenntnisse zum mechanischen Werkstoffverhalten abzuleiten. An ausgewählten Werkstoffzuständen wurden darüber hinaus Analysen mittels dreidimensionaler Atomsonde (Kapitel 3.3.4) sowie elektrischer Widerstandsmessungen (Kapitel 3.3.5) vorgenommen, um zusätzliche Informationen über mikrostrukturelle Gegebenheiten zu erlangen.

Methodik

a) Charakterisierung von Ausscheidungen

Für die systematische Analyse der beim Abkühlen gebildeten Ausscheidungsphasen wurde die von Milkereit et al. [66,160] beschriebene Methodik verwendet. In einer ersten Versuchsreihe sollte der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf die Gefügeausbildung der verschiedenen Legierungen untersucht werden. Hierzu wurden Wärmebehandlungen durchgeführt, bei denen Proben nach dem Lösungsglühen ($T_{LG} \rightarrow$ siehe Tabelle 3.2; $t_{LG} = 20$ min) mit unterschiedlichen, konstanten Geschwindigkeiten auf RT abgekühlt wurden. Durch Gefügeuntersuchungen an derartig behandelten Proben sollte die Entwicklung der Ausscheidungsbildung mit variierender Abkühlrate nachvollzogen werden. Für die geregelten Wärmebehandlungen wurden zum einen die verschiedenen DSC-Geräte (Kapitel 3.2) verwendet. Sehr langsame Abkühlgeschwindigkeiten ($\dot{T}_K < 10^{-2}$ K/s) wurden hingegen in einem Kammerofen *Carbolite CWF 11/13* mit geregelter Passivkühlung realisiert. Analog zu den in Kapitel 3.2 beschriebenen indirekten DSC-Versuchen wurden auch hier alle Proben vor Durchführung der Wärmebehandlung unter Vakuumatmosphäre in Quarzglasampullen eingeschweißt.

In einer zweiten Versuchsreihe sollte die ablaufende Ausscheidungsbildung mit abnehmender Temperatur während der Abkühlung mit einer konstanten Kühlgeschwindigkeit charakterisiert werden. Für die Untersuchung der Gefügeausbildung in Abhängigkeit der Temperatur wurde eine alternative Versuchsführung realisiert. Die Proben wurden hierbei nach dem Lösungsglühen mit festgelegter Rate auf eine definierte Temperatur abgekühlt. Bei Erreichen dieser Zieltemperatur wurde die langsame Abkühlung durch überkritisches Abschrecken auf RT abgebrochen. Eine weitere Ausscheidungsbildung konnte durch den Abschreckprozess

unterdrückt werden, sodass Rückschlüsse auf die bis zur Zieltemperatur gebildeten Partikel gezogen werden können. Die geregelten Wärmebehandlungen für diese Versuchsreihe erfolgten in einem *Pyris Diamond DSC*. Die maximale Kühlrate in diesem Gerät ist ausreichend hoch, um für alle untersuchten Werkstoffe eine überkritische Abkühlung zu realisieren (vgl. Mikrostrukturentwicklungen in Kapitel 4) und somit diffusionsgesteuerte Phasenumwandlungen beim Abschreckprozess zu unterdrücken.

b) Korngrößenentwicklung

Zur Beurteilung des Einflusses der Korngrößen auf die Werkstofffestigkeit und für die Abschätzung eventueller Textureinflüsse auf das Fließverhalten wurde die Korngrößenentwicklung aller Werkstoffe, deren Fließverhalten analysiert worden ist, untersucht. Aus den angelieferten Halbzeugen sind durch mechanisches Trennen unter Kühlung Proben unterschiedlicher Orientierung entnommen worden, um metallografische Schliffe an Schliffebenen anzufertigen, welche jeweils in einem Winkel von 90° zueinander ausgerichtet sind. Hierbei wurde die Symmetrie der jeweiligen Formgebungsverfahren berücksichtigt. Abbildung 3.5 deutet schematisch an, dass im Material eine Vorzugsorientierung des Gefüges als Folge einer Umformung vorliegen kann und führt außerdem das verwendete Bezeichnungssystem für die Orientierungsbeschreibung ein. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Formgebungsverfahren zur Herstellung des Halbzeugs (Walzen bzw. Strangpressen) können die Körner in Hauptumformrichtung eine Kornstreckung erfahren, während sie in Querrichtung gestaucht werden. An allen Werkstoffen wurden daher Schliffe in den Ebenen T-N (Querschliff), L-N (Längsschliff) und L-T (Flachschliff) erstellt.

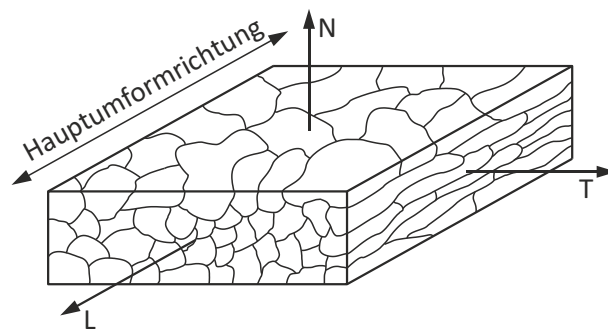


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung der Kornstruktur in einem umgeformten Profil mit Kennzeichnung der drei Hauptorientierungen (nach [169], S. 75).
 L) longitudinale Richtung (= Hauptumformrichtung)
 T) transversale Richtung
 N) normale Richtung

Für alle Werkstoffe wurde eine Korngrößenbestimmung an verschiedenen Wärmebehandlungszuständen durchgeführt. Zunächst sind die Ausgangszustände charakterisiert worden, um den Einfluss der Fertigungsprozesskette auf das Ausgangsgefüge, insbesondere auf die Ausbildung einer Vorzugsorientierung der Körner, zu bestimmen. Zusätzlich ist die Kornstruktur jener Zustände von Interesse, an welchen das Fließverhalten (siehe Kapitel 3.4) experimentell bestimmt worden ist. Zu klären war insbesondere, in welcher Weise sich eine Lösungsglühung mit anschließender Abkühlung auf RT auf die Entwicklung von Korngröße

und -orientierung auswirkt. Ein Satz von Proben wurde hierzu in einem Kammerofen *Carbolite CWF 11/13* bei legierungsspezifischer Temperatur für $t_{LG} = 20$ min lösungsgeglüht und anschließend in einem Wasserbad bei RT abgeschreckt. Dieser Wärmebehandlungszustand wird nachfolgend mit der Bezeichnung LG-H₂O benannt. Ein weiterer Satz an Proben wurde ebenfalls im Kammerofen für $t_{LG} = 20$ min lösungsgeglüht, jedoch nachfolgend im Kammerofen mit einer geringen, linearen Kühlrate von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s auf RT abgekühlt (LG-KO). Durch den Vergleich mit in Wasser abgeschreckten Proben lassen sich somit auch Aussagen zur Entwicklung der Kornstruktur bei langsamer Abkühlung treffen. Die untersuchten Wärmebehandlungszustände fasst Tabelle 3.4 nochmals zusammen.

Tabelle 3.4: Übersicht der Versuchsparameter zur Einstellung verschiedener Wärmebehandlungszustände für die Untersuchung der Korngrößenentwicklung.

Parameter	Wärmebehandlungszustand		
	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
Erwärmgeschwindigkeit \dot{T}_E	-	$\approx 4 \cdot 10^{-2}$ K/s	
Lösungsgeglühtemperatur T_{LG}			
Al4N / Al-Si / Al-Mg-Si	-	540 °C	
Al-Mg	-	340 °C	
Lösungsgeglühdauer t_{LG}	-	20 min	20 min
Abkühlung	-	H ₂ O	$\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s

3.3.1 Lichtmikroskopie

Grundlagen

Die Untersuchung von Gefügen metallischer Proben erfolgt häufig durch lichtmikroskopische Verfahren. In der Metallografie kommen typischerweise Auflichtmikroskope zum Einsatz, welche alle erforderlichen optischen Elemente (z. B. Lichtquelle, Objektiv, Okular, Prismen, Blenden) aufweisen und einen schnellen Wechsel zwischen verschiedenen Kontrastierverfahren erlauben. Die Darstellung von Schliffen mit einem Auflichtmikroskop ermöglicht unter anderem die Betrachtung grober Phasen sowie von Korngrenzen. Zur Gefügebewertung werden die metallografischen Schliffe in der Regel bei senkrechter Beleuchtung im Hellfeld (bright field (BF)) betrachtet. Hierbei wird das von der Probenoberfläche reflektierte Licht zur Abbildung genutzt. Bildkontraste resultieren aus unterschiedlichem Absorptionsverhalten und durch diffuse Reflexionen (Amplitudenkontrast).

Häufig weist die von unterschiedlichen Objektbereichen reflektierte Strahlung einen verschwindend kleinen Amplitudenkontrast auf. Insbesondere bei Oberflächen, welche zuvor nicht mit geeigneten Kontrastierverfahren (z. B. Ätzen) bearbeitet worden sind, ergeben sich entsprechend geringe Kontraste. Polierte Proben werden daher häufig mit einem anderen optischen Kontrastverfahren betrachtet, welches eine Abbildung der beim Polieren unterschiedlich stark abgetragenen Phasen und der daraus resultierenden Reliefs erlaubt. Ein häufig genutztes Verfahren ist der Differentialinterferenzkontrast (DIK). Dabei erfolgt eine

prismatische Aufspaltung des Beleuchtungsstrahlbündels in zwei parallele Strahlengänge, die an dicht benachbarten Objektpunkten reflektiert werden. Unterschiede in der optischen Weglänge führen zu Kontrastunterschieden im Bild, da die Amplitudenunterschiede der interferierenden Strahlen zur Bildgebung genutzt werden.

Neben einer rein bildlichen, qualitativen Bewertung von Gefügen kann die LM auch dafür genutzt werden, unterschiedliche Gefügebestandteile hinsichtlich ihrer Anordnung, Form, Verteilung und Menge zahlenmäßig zu erfassen. Die quantitative Analyse umfasst neben der Bildanalyse auch stereologische Verfahren. Mittels Stereologie werden geometrische Parameter des räumlichen Gefüges (z. B. Phasenvolumenanteile, Korngrößen) aus ebenen Schliffen abgeleitet. Als Verfahren kommen Punkt-, Linien- oder Flächenanalysen zum Einsatz. Die quantitativen Analysen werden meist automatisiert an digitalisierten Gefügebildern durchgeführt, wodurch sich der Zeitaufwand der stereometrischen Auswertungsverfahren erheblich reduzieren lässt. Wichtige Voraussetzung dafür ist jedoch eine eindeutige Identifizierung verschiedener Gefügebestandteile.

Probenpräparation

Metallografische Analysen zur Charakterisierung gebildeter Ausscheidungen erfolgten an Proben im polierten Zustand. Folgende Präparationsschritte wurden hierfür durchgeführt. In einem ersten Schritt sind die wärmebehandelten Proben für eine bessere Handhabbarkeit in kaltaushärtendem Epoxidharz eingebettet worden. Mit SiC-Nassschleifpapier wurden die Proben anschließend mit Leitungswasser als Schmier- und Kühlmittel in den Körnungsstufen P500, P1200 und P2400 geschliffen. Die nachfolgende Politur erfolgte mit wasserfreien Diamantsuspensionen auf Alkoholbasis in den Körnungen 6 µm, 3 µm und 1 µm. Die Endpolitur wurde mit einer Oxid-Poliersuspension (OPS) der Körnung 0,05 µm vorgenommen.

Die Präparation metallografischer Schliffe für Korngrößenbestimmungen erfolgte nach Durchführung der Wärmebehandlungen (Tabelle 3.4) in Analogie zu dem beschriebenen Verfahren. Zusätzlich wurde eine nasschemische Mikroätzung nach Weck [170] vorgenommen, um einzelne Körner zu kontrastieren. Als Ätzmittel wurde 1 g Natriumhydroxid gelöst in 4 g Kaliumpermanganat und 100 ml destilliertem Wasser genutzt. Die bei der Ätzung entstehende Ätzhaut wurde durch ein abschließendes Polieren vorsichtig entfernt.

Versuchsdurchführung

Die Entwicklung der beim Abkühlen vom Lösungsglühen gebildeten Ausscheidungsphasen wurde durch lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen nachvollzogen. Für diese Bildanalysen wurde ein Auflichtmikroskop des Typs *Leica DMI5000 M* verwendet. Schliffbilder wurden durch Hellfeldbeleuchtung oder mittels Differentialinterferenzkontrast aufgenommen und mit dem Bildmanagementsystem *dhs-Bilddatenbank®* digital erfasst. Auch die Aufnahmen zur Ermittlung von Korngrößen wurden mit diesem LM erzeugt. Die Bestimmung der mittleren Korngröße erfolgte an geätzten Proben nach dem Linienschnittverfahren.

Für Werkstoffzustände, bei denen ausgeschiedene Phasen in hinreichend großen Volumenanteilen vorlagen und diese mittels LM aufgelöst werden konnten, wurden zusätzliche quantitative Gefügeanalysen nach [3,116,164,171] vorgenommen. Die Arbeitsschritte umfassten dabei die Herstellung einer repräsentativen Probe durch Anfertigung eines metallografischen Schliffes (polierter Zustand), die Bildaufnahme, Digitalisierung, Bildaufbereitung und letztlich die Erkennung und Vermessung von Ausscheidungsphasen nach den Grundsätzen der stereologischen Analyse. Aus den ebenen Schliffen lassen sich dadurch Informationen über den Volumenanteil ausgeschiedener Phasen ermitteln. Mit einem Analysemodul der *dhs-Bilddatenbank*® wurden hierzu Flächenanalysen vorgenommen, wobei aus den aufgenommenen Grauwertbildern die Flächenanteile der Ausscheidungsteilchen mittels Grauwert-Detektion visualisiert und berechnet wurden. Da der Volumenanteil einer Phase ihrem Flächenanteil entspricht, lassen sich die Volumenanteile direkt aus der Flächenanalyse ableiten. Für jeden untersuchten Wärmebehandlungszustand wurden mindestens 50 Gefügeaufnahmen ausgewertet, was bei der gewählten Vergrößerung einer analysierten Gesamtfläche von $\approx 10^7 \mu\text{m}^2$ pro Zustand entspricht. Diese umfangreiche Auswertung sollte für eine statistische Absicherung der ermittelten Messwerte sorgen.

Aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens der LM stößt man bei einer umfassenden Charakterisierung des Werkstoffes schnell an Grenzen. Insbesondere die Abbildung kleiner Ausscheidungsphasen ist häufig nicht möglich. Für detailliertere Aufnahmen einzelner Ausscheidungspartikel, insbesondere zur Analyse der Morphologie von Teilchen, wurde daher auf elektronenmikroskopische Verfahren zurückgegriffen.

3.3.2 Rasterelektronenmikroskopie

Grundlagen

Die Rasterelektronenmikroskopie (scanning electron microscopy (SEM)) erlaubt eine Abbildung von Probenoberflächen mit deutlich besserer Auflösung und Schärfentiefe im Vergleich zu lichtmikroskopischen Verfahren. Ein fokussierter Primärelektronenstrahl rastert die Probe dabei unter Anwendung magnetischer Ablenkssysteme zeilenförmig ab, wodurch es zu Wechselwirkungen der Primärelektronen mit dem zu untersuchenden Werkstoff kommt. Für die Charakterisierung metallischer Werkstoffe sind vor allem Sekundärelektronen und Rückstreuielektronen von Bedeutung. Sekundärelektronen werden durch inelastische Streuung der Primärelektronen mit den Atomen der Probe aus der Elektronenhülle herausgelöst. Sie stammen aus oberflächennahen Schichten des Materials. Die Intensität der Sekundärelektronen und somit der erzeugte Bildkontrast ist stark vom Winkel der Oberfläche zum Primärelektronenstrahl abhängig. Daher wird der Sekundärelektronenkontrast meist zur Abbildung der Oberflächentopografie genutzt. Bei Rückstreuielektronen handelt es sich hingegen um Primärelektronen, die im Probenmaterial elastisch gestreut werden, und die Probe in entgegengesetzte Richtung wieder verlassen. Die Intensität der rückgestreuten

Elektronen und somit des detektierten Signals hängt signifikant von der mittleren Ordnungszahl und der Winkelorientierung zwischen Primärelektronenstrahl und Netzebenenanordnung im untersuchten Probenbereich ab. Durch Wechselwirkungen erzeugte Sekundärelektronen bzw. Rückstreuelektronen können durch entsprechende Detektoren erfasst, in Grauwertinformationen umgewandelt und somit zur Erzeugung einer Abbildung der Probe genutzt werden.

Probenpräparation

SEM-Untersuchungen wurden an wärmebehandelten Proben im polierten Zustand durchführt. Die Präparation erfolgt nach der in Kapitel 3.3.1 beschriebenen Vorgehensweise. Für eine gute Bildgebung ist es notwendig, eine hohe elektrische Leitfähigkeit der Proben sicherzustellen. Ist keine ausreichende Leitfähigkeit gegeben, kommt es durch die Bestrahlung mit Elektronen zu lokalen Aufladungen der Probe. Die elektrischen Aufladungen wirken sich negativ auf die Menge abgestrahlter Sekundärelektronen aus und vermindern somit den Bildkontrast. Um trotz der Probeneinbettung in Epoxidharz eine gute elektrische Leitfähigkeit zu erzielen, wurden Leiterbahnen (Aluminiumstreifen) ausgehend von den Proben über die Epoxidharzmatrix bis zum metallischen Probenträger des SEM gelegt. Die Kontaktstellen der Streifen zu den Proben wurden mit elektrisch leitfähigem Lack auf Silberbasis (Silberleitlack) erzeugt.

Versuchsdurchführung

Die SEM-Untersuchungen wurden vorgenommen, um Detailaufnahmen ausgeschiedener Teilchen zu erzeugen und so ihre Morphologie besser beurteilen zu können. Die Analysen wurden an einem *Zeiss Merlin VP compact* durchgeführt. Der Primärelektronenstrahl wurde mittels Feldemission erzeugt. Die verwendete Beschleunigungsspannung betrug 10 kV. Für die Bildgebung wurde ein in-lensDuo-Detektor verwendet (Detektor ringförmig oberhalb der Probe im Inneren der Elektronensäule positioniert). Der Materialkontrast wird dabei durch parallel auf der optischen Achse erfolgender in-lens Erfassung von Sekundärelektronen und energiewirektiver Erfassung von Rückstreuelektronen erzeugt. Der gesamte Abbildungsprozess findet im Hochvakuum statt, um Wechselwirkungen der Strahlelektronen mit Atomen und Molekülen in der Probenkammer zu vermeiden.

3.3.3 Transmissionselektronenmikroskopie⁷

Grundlagen

Bei der Transmissionselektronenmikroskopie (transmission electron microscopy (TEM)) handelt es sich nicht um ein reflexionsmikroskopisches, sondern ein durchstrahlendes Verfahren. Das Probenmaterial wird von Elektronen durchstrahlt, welche anschließend genutzt werden, um eine mehrstufige Abbildung und dadurch eine erhebliche Vergrößerung des untersuchten Probenbereichs zu erhalten. Trotz der Verwendung hoher Beschleunigungsspannungen und somit hochenergetischer Elektronenstrahlen, muss die Durchstrahlbarkeit der zu untersuchenden Probe sichergestellt werden. Beim Durchgang von Elektronen durch einen Festkörper kommt es zu Wechselwirkungen mit den Atomen des Probenmaterials, sodass nur sehr dünne Folien durchstrahlt werden können. Um metallische Werkstoffe mittels TEM untersuchen zu können, sind meist spezielle Präparationsschritte durchzuführen, um hinreichend dünne Proben ($d < 100$ nm) herzustellen. Neben eines mechanischen Materialabtrags durch Schleifen und Polieren umfasst die Probenpräparation eine abschließende sorgfältige Dünnung, z. B. mittels elektrochemischer Verfahren oder durch Ionendünnung. Analog zu anderen elektronenmikroskopischen Verfahren entstehen Bildkontraste aufgrund von Wechselwirkungen der Elektronen mit den Objektatomen.

Neben dem Streuabsorptionskontrast (Streuung der Elektronen und Absorption an einer Kontrastblende) spielt bei der Analyse kristalliner Proben vor allem der Beugungskontrast eine wesentliche Rolle. Aufgrund des Wellencharakters der Elektronen kommt es durch Wechselwirkung mit dem geordneten Kristallgitter zu Beugungserscheinungen und Interferenzen der gebeugten Wellen. Lokale Änderungen der Kristallstruktur bewirken unterschiedliche Beugungsintensitäten, was für eine Bildgebung genutzt werden kann. Je nach Positionierung der Kontrastblende und der Neigung des Primärelektronenstrahles lassen sich Hellfeldabbildungen (BF) oder Dunkelfeldabbildungen (dark field (DF)) erzeugen.

Neben der konventionellen Betriebsweise von Transmissionselektronenmikroskopen haben technische Weiterentwicklungen auch Sonderverfahren hervorgebracht. Durch die Einbringung neuartiger Korrektoren zur Verringerung von Abbildungsfehlern (Aberrationen) erlaubt die hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (high resolution transmission electron microscopy (HRTEM)) die Untersuchung kristalliner Werkstoffe in atomarer Auflösung ($< 0,1$ nm) [167]. Auch durch eine feinere Fokussierung des Elektronenstrahles und dessen Betrieb im Rastermodus, d. h. durch Anwendung von Rastertransmissionselektronenmikroskopie (scanning transmission electron microscopy (STEM)), lassen sich derartige Auflösungen erzielen.

⁷ Elektrolytisches Dünnen bzw. Ionendünnung, Versuchsdurchführung und Auswertung der TEM-Untersuchungen wurde im *Monash Centre for Electron Microscopy* der *Monash University, Melbourne (Australien)* von Shravan Kumar Kairy, PhD durchgeführt. Die wärmebehandelten Proben wurden vom Verfasser der Dissertation bereitgestellt. Die Diskussion der Ergebnisse erfolgte gemeinsam durch Shravan Kumar Kairy, PhD und den Verfasser der Dissertation.

Mittels TEM kann unter bestimmten Voraussetzungen auch die vorliegende Elementzusammensetzung eines Probenbereichs charakterisiert werden. Hierbei wird die durch inelastische Streuung der Primärelektronen freigesetzte Röntgenstrahlung genutzt. Die Energiebeträge, welche bei Elektronenübergängen zwischen Energieniveaus freigesetzt werden, sind elementspezifisch. Sie werden als elektromagnetische Strahlung emittiert und weisen daher elementspezifische Wellenlängen auf. Die emittierte Röntgenstrahlung kann somit durch entsprechende Detektoren für eine Elementanalyse mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX bzw. EDS)) herangezogen werden. Durch die Intensitäten vorliegender Spektrallinien kann auf die Konzentration vorliegender Elemente geschlossen werden, sodass in gewissen Grenzen auch quantitative Aussagen möglich sind. In STEM-Arbeitsweise lässt sich der Elektronenstrahl entlang vorgegebener Linien führen, wobei schrittweise EDX-Analysen durchführbar sind. Neben dieser Verfahrensweise, welche als EDX-linescan bezeichnet wird, lassen sich auch zweidimensionale Elementverteilungsbilder (EDX-mapping) erstellen, die Informationen zur Flächenverteilung verschiedener Elemente im untersuchten Probenbereich liefern können.

Erkenntnisse zu vorliegenden Kristallstrukturen können durch Feinbereichselektronenbeugung (selected area electron diffraction (SAED)) gewonnen werden. Durch Beugung der Elektronenwellen am Kristallgitter der Probe ergeben sich charakteristische Beugungsmuster. Diese sind neben der kristallografischen Phase auch von der Zonenachse und somit von der Orientierung zwischen einfallendem Elektronenstrahl und Kristallgitter abhängig. Die Beugungsmuster können mit Miller'schen Indizes indiziert werden und lassen Rückschlüsse auf Netzebenenabstände d_{hkl} der Kristallstruktur zu.

Probenpräparation

TEM-Untersuchungen wurden für eine detaillierte Charakterisierung der beim Abkühlen gebildeten Ausscheidungsteilchen durchgeführt. Die Präparation erfolgte daher ebenfalls an wärmebehandelten Proben. Von diesen Proben wurden mit einer Präzisions-Nasstrennschleifmaschine *Brillant 210* zunächst dünne Scheiben ($d < 1$ mm) mechanisch getrennt. Anschließend wurden die Scheiben durch Schleifen unter Anwendung von Kühlmitteln auf eine Dicke von $d \approx 0,1$ mm gedünnt. Aus den resultierenden Plättchen wurden mit einer Probenstanze *GATAN Disc Punch System* Kreisscheiben ($\varnothing 3$ mm) herausgetrennt. Proben, an denen die Morphologie der gebildeten Ausscheidungen untersucht worden ist, wurden in einem letzten Präparationsschritt elektrolytisch gedünnt. Das Dünnen der zylindrischen Proben erfolgte in einem *TenuPol-5* der Firma *Struers* bei einer elektrischen Spannung von 8 bzw. 12 V. Genutzt wurde ein Elektrolytgemisch aus 33 % Salpetersäure (HNO_3) in Methanol bei Temperaturen von -25 °C bis -32 °C. Das *TenuPol-5* arbeitet nach dem Verfahren des Doppelstrahldünnens, bei welchem die Probe beidseitig mit dem Elektrolyten angestrahlt wird. Der Materialabtrag erfolgt somit von beiden Seiten und wird automatisch gestoppt, sobald die Probe perforiert ist. Bei erfolgreicher Präparation ist der Randbereich des eingebrachten Lochs mit hochenergetischen Elektronen durchstrahlbar. Für die Durchführung von

EDX-Analysen und Beugungsexperimenten wurden die Proben durch Ionendünnung präpariert. Die zylindrischen Scheiben wurden dabei durch Sputtern mit Argon-Ionen gedünnt. Der Dünnungsprozess erfolgte zweistufig mit einem *Gatan PIPS (precision ion polishing system)* bei $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Die Proben wurden zunächst mit einer Ionenenergie von $4,8\text{ keV}$ und einem Beschusswinkel zum Probenteller von 4° bis zur Perforation gedünnt. Anschließend wurde die Probenoberfläche mit Ionenbeschuss ($2,4\text{ keV}$) unter einem Winkel von 2° geglättet.

Versuchsdurchführung

Die TEM-Analysen wurden an einem *FEI Tecnai T20* mit Lanthanhexaborid (LaB_6)-Kathode durchgeführt. Für hochaufgelöste Analysen (STEM) kam ein *FEI Tecnai F20* mit Feldemissionskathode zum Einsatz. Die Proben sind in beiden Geräten um zwei Achsen kippbar (Doppelkipphalter). Beide Geräte wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV betrieben und waren mit einem *QUANTAX* EDX-System der Firma *Bruker* ausgerüstet. Für die qualitativ hochwertigsten EDX-Analysen wurde das *FEI Tecnai F20* genutzt, welches mit einem Detektor *XFlash® SDD* ausgestattet war (30 mm^2 aktive Detektorfläche). Außerdem waren die Probenaufnahmen aus Beryllium gefertigt (Low-Background-Halter). Der Untergrundverlauf im Spektrum, welcher im Wesentlichen auf Röntgenbremsstrahlung zurückgeht, wird durch Anwendung dieser Halterungen reduziert, da die niederenergetische Beryllium-Strahlung vom EDX-Detektor nicht erfasst wird.

3.3.4 Dreidimensionale Atomsondentomografie⁸

Grundlagen

Die Atomsondentomografie (atom probe tomography (APT)) ist ein weiteres analytisches Verfahren auf dem Gebiet der Materialcharakterisierung. Das Verfahren ermöglicht eine quantitative dreidimensionale Elementanalyse von Festkörperproben auf atomarer Skala. Eine Analyse mittels APT liefert Informationen zu lokalen Elementzusammensetzungen kleiner Materialbereiche und weist dabei eine von keinem anderen Messverfahren erreichbare räumliche Auflösung ($<0,3\text{ nm}$ in alle Raumrichtungen [172]) auf. Einen Überblick über die Entwicklung des Messverfahrens, die zugrundeliegenden Prinzipien, den aktuellen Stand der Gerätetechnik sowie über ausgewählte Anwendungsfälle geben Kelly et al. [172,173].

Eine Atomsonde kann als Kombination eines Feldionenmikroskops und eines Massenspektrometers angesehen werden [174]. Das Grundprinzip der Untersuchungsmethode basiert auf der Feldverdampfung, d. h. der Ablösung und Ionisation von Atomen von einer Oberfläche durch ein elektrisches Feld sehr hoher Feldstärke. Dazu wird in der Atomsonde an eine dünne

⁸ Probenpräparation, Versuchsdurchführung und Auswertung der Atomsondenexperimente wurde im *Laboratory for Metal Physics and Technology* der *ETH Zürich* von Assoz. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Stefan Pogatscher durchgeführt. Die wärmebehandelten Proben wurden vom Verfasser der Dissertation bereitgestellt. Die Diskussion der Ergebnisse erfolgte gemeinsam durch Assoz. Prof. Stefan Pogatscher und den Verfasser der Dissertation.

Spitze des zu analysierenden Materials in einer Ultrahochvakuumkammer eine elektrische Basisspannung angelegt. Diese Spannung wird so gewählt, dass die Verdampfungsfeldstärke des Probenmaterials gerade nicht erreicht wird [175]. Für das Ablösen von Atomen von der Materialspitze werden zusätzlich zur Basisspannung hochfrequente Spannungsimpulse aufgebracht. Die Amplitude der Pulsspannung beträgt typischerweise 15 – 20 % der Basisspannung und wird so eingestellt, dass alle Atome mit möglichst gleicher Wahrscheinlichkeit feldverdampft werden [173]. Die Verdampfung muss gepulst erfolgen, um eine definierte Startzeit des Ablösens der verdampften Ionen bestimmen zu können [172]. Grund hierfür ist, dass die APT auf der Flugzeit-Massenspektrometrie (time-of-flight mass spectrometry (TOFMS)) basiert. Die bei der Feldverdampfung generierten Ionen werden entlang der Feldlinien in Richtung eines positionssensitiven Detektors beschleunigt. Mittels TOFMS kann durch Kenntnis der Flugzeit, der Flugstrecke (Abstand Spitze – Detektor) und der angelegten Gesamtspannung auf das Verhältnis von Masse zu Ladung geschlossen werden, wodurch die chemische Natur der Ionen bestimmt werden kann [175]. Aus den Trefferpositionen am Flächendetektor lassen sich zudem die Ursprungsorte (x- und y-Richtung senkrecht zur Spitzenachse) der abgelösten Atome rekonstruieren. Bei einer dreidimensionalen Atomsonde wird die Schichtverdampfung der Probenoberfläche ausgenutzt, um eine vollständige Rückkonstruktion des verdampften Probenvolumens zu ermöglichen. Somit lässt sich die dreidimensionale Elementverteilung eines lokalen Probenvolumens sehr genau analysieren. Die hohe Ortsauflösung wird zusätzlich dadurch sichergestellt, dass die Probe auf Temperaturen unter 100 K abgekühlt wird. Durch die Verringerung der thermischen Schwingungen der Oberflächenatome ist eine genauere Lokalisation einzelner Atome möglich [175].

Bei der Erforschung des Phasenumwandlungsverhaltens von Al-Mg-Si-Legierungen konnte die Atomsondentomografie bereits erfolgreich eingesetzt werden, um neue Erkenntnisse zu den frühen Stadien der Entmischung des übersättigten MK zu erlangen. Die Messmethodik wurde beispielsweise in zahlreichen Veröffentlichungen (z. B. [176–183]) herangezogen, um die Clusterbildung in verschiedenen 6xxx-Legierungen nachzuweisen und ihren Einfluss auf die gesamte Ausscheidungssequenz des Legierungssystems zu verstehen. Der Atomsondentomografie kommt insbesondere deshalb eine wachsende Bedeutung zu, weil sich die bildenden Cluster aufgrund ihrer geringen Abmessungen im Nanometerbereich den bewährten bildgebenden Analyseverfahren (z. B. TEM) meist entziehen. Aufgrund des hohen räumlichen Auflösungsvermögens lassen sich jedoch nicht nur die Zusammensetzungen von Vorstufenphasen analysieren. Unter der Voraussetzung, dass sich bildende Ausscheidungen einen großen Abstand zueinander aufweisen und keine Teilchen im Analysevolumen vorkommen, ist es auch möglich, die Fremdatomkonzentration in der Matrix (Lösungsgehalt) zu bestimmen (siehe z. B. [184]).

Probenpräparation

Die Qualität der Proben kann bei APT-Analysen großen Einfluss auf das Messresultat haben. Typischerweise werden nadelförmige Proben analysiert, die an ihren Enden spitz zulaufen (halber Öffnungswinkel $< 10^\circ$) und an ihrer Kegelspitze Radien von lediglich 50 – 150 nm aufweisen [173]. Eine solch spezielle Probengeometrie ist erforderlich, um eine Feldverdampfung zu ermöglichen. Da sich der Radius mit voranschreitendem Experiment durch kontinuierlichen Materialabtrag vergrößert, wurde bei der Probenpräparation ein Spitzenradius < 50 nm angestrebt. Verschiedene Präparationsmethoden wurden entwickelt und sind z. B. in [172–174,185] beschrieben. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgte die Probenfertigung durch eine standardisierte, zweistufige Elektropolitur im Anschluss an die entsprechende Wärmebehandlung. Eine schematische Darstellung dieses Verfahrens ist in Abbildung 3.6 dargestellt.

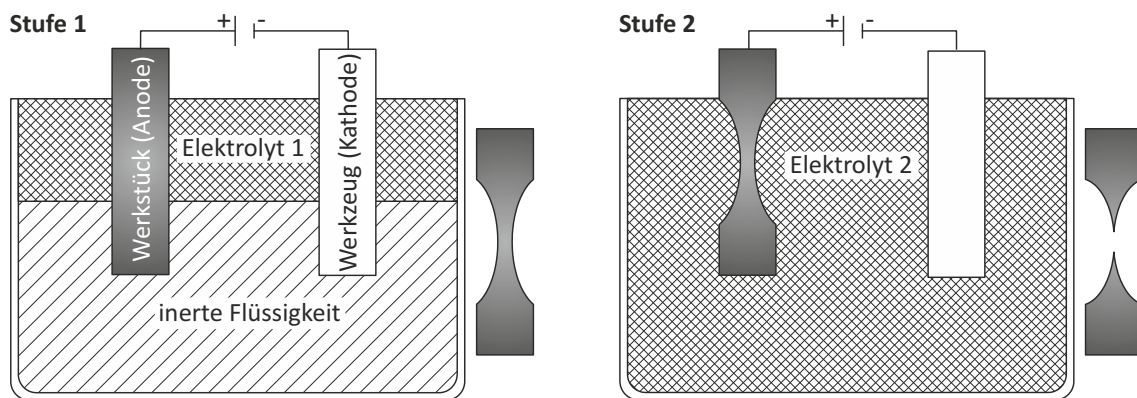


Abbildung 3.6: Schematische Darstellung der standardisierten zweistufigen Präparationsmethodik zur Herstellung von Proben für Atomsondenexperimente (nach [174], S. 176).
Stufe 1) Herstellung einer eingeschnürten Probe durch Anwendung einer dünnen Schicht Elektrolytflüssigkeit im mittleren Probenbereich
Stufe 2) Abschließendes elektrolitisches Dünnen der Probe bis zur Abtrennung der unteren Probenhälfte

Aus wärmebehandelten Plättchen wurden durch mechanisches Trennen zunächst dünne stabförmige Proben ($\approx 0,3 \text{ mm} \times 0,3 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$) hergestellt. Die Mitte einer solchen Probe wurde anschließend in eine (wenige mm) dünne Schicht aus Elektrolytflüssigkeit getränkt, welche auf der Oberfläche einer dichten, inerten Flüssigkeit schwamm. Das elektrolitische Dünnen erfolgte im ersten Schritt mit einer Elektrolytmischung aus 10 % Perchlorsäure und 90 % Methanol. Da das Elektropolieren lediglich im mit Elektrolytgemisch benetzten Bereich der Probe erfolgt, kommt es im mittleren Bereich der Probe zu einer Einschnürung. Die Probe wurde noch vor dem Abtrennen der unteren Hälfte in eine weniger aggressive Elektrolytflüssigkeit (2 % Perchlorsäure in 2-Butoxyethanol) getaucht, sodass der Materialabtrag bis zur Trennung der Probe kontrollierter erfolgte. Dadurch lassen sich kleinere Spitzenradien und eine allgemein bessere Oberflächenqualität der Proben erzielen.

Die Atomsondenmessungen dienten dazu, den legierungsspezifischen Lösungsgehalt in der Matrix an ausgewählten Werkstoffzuständen zu bestimmen. Mittels SEM wurde daher vor der Versuchsdurchführung geprüft, ob die präparierten Nadelspitzen den Anforderungen für

eine APT-Analyse genügen und zudem lediglich die Al-reiche Matrix repräsentieren, deren Zusammensetzung untersucht werden sollte. Hierdurch sollte ausgeschlossen werden, dass die Probenspitzen Ausscheidungspartikel enthalten, die zu einer Verfälschung der Ergebnisse führen würden.

Versuchsdurchführung

Die APT-Analysen wurden an einer kommerziellen Atomsonde *LEAPTM 4000 X HR* der Firma *Cameca Scientific Instruments* bei einer Temperatur von 30 K mit einem Spannungspuls von 20 % der Basisspannung, einer Pulsfolgefrequenz von 200 kHz und einer Verdampfungsrate von 0,005 (5 Ionen/1000 Pulse) unter Ultrahochvakuumbedingungen ($< 10^{-10}$ mbar) durchgeführt. Drei erfolgreiche Versuchsläufe wurden für jeden analysierten Werkstoffzustand ausgewertet. Das Rekonstruktionsverfahren und die chemische Analyse wurden mit dem Programmpaket *IVAS 3.6.6TM* der Firma *Imago Scientific Instruments* durchgeführt.

3.3.5 Elektrische Widerstandsmessungen⁹

Grundlagen

Neben einer direkten Messung von in Lösung vorliegenden Legierungselementatomen wurde auch auf eine indirekte Bestimmung mittels elektrischer Widerstandsmessungen zurückgegriffen. Hierbei wird ausgenutzt, dass die elektrische Leitfähigkeit metallischer Werkstoffe eine strukturempfindliche Eigenschaft darstellt und neben der Temperatur somit auch stark von Gitterfehlern (z. B. gelöste Fremdatome) abhängt [85]. Der elektrische Widerstand R eines Leiters mit konstantem Querschnitt ist seiner Länge l direkt und seinem Querschnitt A umgekehrt proportional [186]:

$$R = \rho \frac{l}{A} \quad (\text{Gleichung 3.6}).$$

Die materialabhängige Proportionalitätskonstante ρ ist der spezifische elektrische Widerstand. Nach der Regel von Matthiessen ist der Widerstand von Metallen von der Streuung der Leitungselektronen an Störstellen des Kristallgitters einerseits und von durch Gitterschwingungen (Phononen) verursachte Streuprozesse andererseits abhängig. Der spezifische elektrische Widerstand setzt sich daher aus zwei additiven Anteilen zusammen [87,186,187]:

$$\rho = \rho_0 + \rho(T) \quad (\text{Gleichung 3.7}).$$

Die Matthiessen'sche Regel besitzt auch für Aluminium und seine Legierungen weitgehend Gültigkeit [87]. Der temperaturabhängige Widerstandsanteil $\rho(T)$ ist eine materialspezifische Funktion und wird durch die Wärmeschwingungen der Atomrümpfe bestimmt.

⁹ Die Versuche zur Bestimmung elektrischer Widerstände wurden von Mitarbeitern der Firma *Hydro Aluminium Rolled Products GmbH (Research & Development)* in Bonn durchgeführt. Die wärmebehandelten Proben wurden vom Verfasser der Dissertation bereitgestellt. Die Diskussion der Ergebnisse erfolgte gemeinsam durch Dr. rer. nat. Galyna Lapyeva, Simon Peter Miller-Jupp, PhD und den Verfasser der Dissertation.

Bei Temperaturen nahe dem absoluten Nullpunkt ($T = 0 \text{ K}$) gehen Schwingungen des Kristallgitters gegen null, da Atome ihre Bewegungsenergie verlieren. Daher gilt für den temperaturabhängigen Anteil des Widerstandes die Beziehung $\rho(T) \rightarrow 0$. Der temperaturunabhängige Anteil wird als spezifischer Restwiderstand ρ_0 bezeichnet und ist nur von der Störstellenkonzentration im Metallgitter abhängig. Der elektrische Widerstand bei tiefen Temperaturen wird daher im Wesentlichen durch die Gitterbaufehler bestimmt [2]. Störstellen wie gelöste Fremdatome, Leerstellen, Versetzungen oder Korngrenzen stören die Periodizität des Kristallgitters und wirken als Streuzentren für die Ladungsträger [186].

Störstellen wirken sich stets widerstandserhöhend aus. Der Einfluss von Legierungselementen auf den elektrischen Widerstand hängt dabei von der Art des Einbaus in das Matrixgitter ab. Die Widerstandserhöhung durch ausgeschiedene Legierungselementatome ist im Allgemeinen um Größenordnungen kleiner, als wenn die Fremdatome in Lösung vorliegen [6,87]. Aufgrund dieser Tatsache lassen sich Gefügeänderungen (z. B. Ausscheidungsbildung) durch die Messung des Widerstandes nachvollziehen. Für geringe Legierungszusätze, die im MK gelöst sind, nimmt der spezifische Restwiderstand mit steigender Konzentration des gelösten Elementes näherungsweise linear zu [3,6]. Die Wirkungen verschiedener gelöster Fremdatome auf die Erhöhung des spezifischen Restwiderstandes $\Delta\rho_{4\text{KEI}}$ sind in mehreren Publikationen (teilweise unter Berücksichtigung weiterer Literaturquellen) angegeben (z. B. [5,6,87,188]) und werden in Tabelle 3.5 zusammenfassend aufgelistet.

Tabelle 3.5: Erhöhung des spezifischen Restwiderstandes von Aluminium durch gelöste Fremdatome $\Delta\rho_{4\text{KEI}}$.

Fremdatom	Literaturquelle	Atomprozentuale Widerstandserhöhung $\left(\frac{\mu\Omega\text{cm}}{\text{at. \%}}\right)$	Massenprozentuale Widerstandserhöhung $\left(\frac{\mu\Omega\text{cm}}{\text{ma. \%}}\right)$
Mg	[5]	0,49	-
	[6]	0,55	-
	[87]	0,46	0,51
Si	[5]	0,65	-
	[6]	0,65	-
	[87]	0,70	0,68
	[188]	0,71	-

Der Restwiderstand von Aluminium hängt neben der Reinheit des Materials auch vom Wärmebehandlungszustand ab [189]. Ein Vergleich zahlreicher Publikationen zur Bestimmung des spezifischen Widerstandes und eine daraus resultierende Auflistung empfohlener Werte für verschiedene Temperaturen geben Desai et al. [187]. Für weichgeglühtes Aluminium mit einer Reinheit von 99,99 % (Al4N) oder höher ergibt sich bei einer Temperatur von $T \approx 4 \text{ K}$ ein Restwiderstandswert von $\rho_{4\text{KAl}} = 0,109 \text{ n}\Omega\text{cm}$. Altenpohl [87] gibt unter Berufung auf zwei externe Quellen als Idealwert für Aluminium höchster Reinheit einen Wert von $\rho_{4\text{KAl}} = 0,264 \text{ n}\Omega\text{cm}$ an. Für Al99,999 (Al5N) geben Pawlek und Rogalla [189] einen errechneten Restwiderstand von $\rho_{4\text{KAl}} = 2,3 \cdot 10^{-4} \text{ n}\Omega\text{cm}$ an, während experimentell an weichgeglühtem und langsam abgekühltem Material ein Wert von $\rho_{4\text{KAl}} = 1,11 \text{ n}\Omega\text{cm}$ ermittelt worden ist.

Unabhängig vom absoluten Wert des Restwiderstandes von Reinaluminium wird deutlich, dass in Aluminiumlegierungen mit Legierungszusätzen von Mg oder Si der Einfluss gelöster Elemente im Vergleich zum Basismetall deutlich überwiegt (vgl. Tabelle 3.5).

Mit Kenntnis des Restwiderstandes von Aluminium und der atomaren Widerstandserhöhung einzelner Elemente lassen sich Rückschlüsse auf den Gehalt gelöster Legierungselementatome verschiedener Werkstoffzustände ziehen. Hierzu führt man üblicherweise an definierten Probengeometrien mit konstantem Querschnitt Widerstandsmessungen bei sehr tiefen Temperaturen (z. B. im Bereich der Siedetemperatur von Helium $T = 4,15$ K) durch. Nach Ermittlung des Restwiderstandes kann unter Berücksichtigung der chemischen Zusammensetzung Rückschluss auf die Lösungsverhältnisse gezogen werden. Dabei muss jedoch sichergestellt werden, dass der Einfluss anderer Gitterbaufehler auf die Widerstandserhöhung gering ist oder abgeschätzt werden kann. Als vorteilhaft für die Bestimmung des Lösungsgehaltes stellt sich dabei heraus, dass der Einfluss gelöster Fremdatome in der Regel größer ist, als die Widerstandsänderung durch bei Kaltverformung eingebrachte Versetzungen [2,87].

Probenpräparation

Vor Durchführung der elektrischen Widerstandsmessungen wurden quaderförmige Blechstreifen durch mechanisches Trennen hergestellt und definierten Wärmebehandlungen unterzogen. Die Widerstandsmessungen erfolgten somit erneut an verschiedenen Werkstoffzuständen hinsichtlich des Lösungsgehaltes der Matrix und des vorliegenden Ausscheidungs-volumengehaltes. Die gefertigten Blechstreifen wiesen eine Länge von $l = 80$ mm und eine Breite von $b = 6$ mm auf. An ihren Enden waren die Proben mit Nuten versehen, die zur Probenaufnahme im Messgerät dienten. Die Blechdicke d lag im Bereich von wenigen mm, variierte jedoch etwas von Probe zu Probe. Da die Beziehung zwischen einem gemessenen Widerstand R und dem spezifischen Widerstand ρ von den geometrischen Abmessungen der Probe abhängt (siehe Gleichung 3.6), kann dies berücksichtigt werden, solange die Abmessungen der einzelnen Proben bekannt ist. Vor Durchführung der Experimente wurden die Proben deshalb entlang ihrer Länge an mehreren Stellen vermessen, um eine mittlere Querschnittsfläche zu bestimmen. Für jeden untersuchten Werkstoffzustand wurde ausschließlich eine Widerstandsmessung vorgenommen.

Versuchsdurchführung

Für die Bestimmung elektrischer Widerstände kam ein *RESISTOMAT® Typ 2304* der Firma *Burster Präzisionsmesstechnik* zum Einsatz, bei welchem die Messung nach einem Vierleiter-verfahren erfolgt. Gemessen werden dabei die Spannungsabfälle bei eingepprägtem Strom sowohl an der Probe als auch an einem internen Referenzwiderstand. Aus beiden Spannungs-abfällen wird der Quotient berechnet und durch Multiplikation mit dem Kennwert des Vergleichswiderstandes der Ohm'sche Widerstand der Probe ermittelt. Dieses Verfahren hat den Vorteil, dass Einflüsse von Leitungs- und Übergangswiderständen eliminiert werden. Die Auflösung des Messautomaten beträgt bis zu $1 \text{ n}\Omega$. [190]

Die Proben wurden in dafür vorgesehene Aufnahmen platziert und verschraubt. Anschließend wurden die elektrischen Kontakte in einem Abstand von 45 mm symmetrisch zur Längsachse an die Probe geklemmt. Während des Versuchs wird die Probe von einem konstanten Messstrom $I = 10$ A durchflossen. Zur Bestimmung des Restwiderstandes ρ_0 wurde die Probe dabei zugleich in einen Behälter mit flüssigem Helium ($T \approx 4$ K) getaucht. Der elektrische Widerstand R_{4K} kann direkt von der digitalen Anzeige des *RESISTOMAT® Typ 2304* abgelesen werden. Nach Umstellen der Gleichung 3.6 lässt sich aus dem abgelesenen Wert der Restwiderstand ρ_{4K} ($\approx \rho_0$) wie folgt ermitteln:

$$\rho_{4K} = R_{4K} \frac{bd}{l} \quad (\text{Gleichung 3.8}).$$

Die Länge l bezieht sich hierbei nicht auf die Gesamtlänge der Blechstreifen, sondern auf die Messlänge des stromdurchflossenen Leiters, d. h. auf den Abstand der elektrischen Kontakte und somit $l = 45$ mm. Für jeden untersuchten Werkstoffzustand wurden mindestens zwei Messungen an unterschiedlichen Proben vorgenommen. Unter der Annahme, dass sich der Restwiderstand in binären Legierungen nur aus den Beiträgen der Reinaluminiummatrix und von gelösten Fremdatomen zusammensetzt (Einfluss anderer Gitterbaufehler vernachlässigbar):

$$\rho_{4K} = \rho_{4K_{Al}} + c_{El} \Delta \rho_{4K_{El}} \quad (\text{Gleichung 3.9}),$$

lässt sich der Lösungsgehalt des Legierungselementes c_{El} nach Umstellen der Gleichung berechnen, sofern der Restwiderstand von Aluminium $\rho_{4K_{Al}}$ und die prozentuale Widerstandserhöhung des gelösten Legierungselementes $\Delta \rho_{4K_{El}}$ bekannt ist:

$$c_{El} = \frac{(\rho_{4K} - \rho_{4K_{Al}})}{\Delta \rho_{4K_{El}}} \quad (\text{Gleichung 3.10}).$$

Es ist nicht genau bekannt, inwieweit sich die Wirkungen mehrerer gelöster Elemente gegenseitig beeinflussen [6]. Elektrische Widerstandsmessungen wurden jedoch nur an binären Legierungen durchgeführt, sodass eine Bestimmung des Lösungsgehaltes mit der beschriebenen Herangehensweise erfolgen kann.

3.4 Thermomechanische Analyse

Grundlagen

Die Charakterisierung von Festigkeits- und Fließeigenschaften ist aus unterschiedlichen Gründen oft schwierig zu bewerkstelligen. Eine Werkstoffprüfung bei hohen Temperaturen bereitet Probleme, da Werkstoffzustände in vielen Fällen metastabil sind. Eine Temperaturerhöhung kann somit zu Änderungen der mikrostrukturellen Gegebenheiten führen, sodass die Untersuchung des reinen Temperatureinflusses auf das Material nicht mehr möglich ist. Eine Temperaturerhöhung kann auch durch die Verformung selbst hervorgerufen werden, da die Verformungsarbeit fast vollständig dissipiert wird [191]. Die Arbeit wird somit zu einem großen Teil in Wärmeenergie umgesetzt, welche zu Temperaturänderungen in der Probe

führt. Große Temperaturanstiege haben eine Entfestigung des Werkstoffes zur Folge, sodass das ermittelte mechanische Verhalten nicht mehr repräsentativ für die angestrebten Bedingungen ist.

Mittels thermomechanischer Analyse lässt sich der Temperatureinfluss auf mechanische Eigenschaften sehr genau untersuchen, da dieses Verfahren der thermischen Analyse Lösungen für beide angesprochenen messtechnischen Schwierigkeiten bietet. Zum einen kann die Probertemperatur während des Versuchs präzise geregelt werden, sodass Versuche unter isothermen Bedingungen durchgeführt werden können. Die Regelung der Probertemperatur ermöglicht außerdem, definierte Temperatur-Zeit-Profile vor Durchführung der mechanischen Prüfung aufzuprägen. Die TMA bietet somit die Möglichkeit, prozessnahe Wärmebehandlungen vorzunehmen und die daraus resultierenden Ungleichgewichtszustände der Mikrostruktur mittels mechanischer Prüfverfahren analysieren zu können. Ein geeignetes Verfahren zur Ermittlung des Werkstoffverhaltens unter einachsiger Beanspruchung ist der Druck- bzw. Stauchversuch [171], welcher auch im Rahmen der TMA häufig angewendet wird [138].

Dass sich die TMA auch zur Untersuchung der Festigkeits- und Fließeigenschaften von metastabilen bzw. instabilen Mikrostrukturzuständen von Aluminiumlegierungen eignet, zeigten verschiedene Autoren [192–195]. Neben einer Temperaturvariation ermöglichen die meisten Messeinrichtungen auch eine Analyse verschiedener Dehngeschwindigkeiten. Die TMA kann somit eingesetzt werden, um mit gezielten Wärmebehandlungen unterschiedliche Mikrostrukturen einzustellen und diese unter verschiedenen Messbedingungen zu prüfen. Somit kann eine Vielzahl an Einflussfaktoren auf das Festigkeits- und Fließverhalten systematisch untersucht werden.

In dieser Arbeit erfolgte die Charakterisierung des mechanischen Fließverhaltens mittels TMA an einem Abschreck- und Umformdilatometer *DIL 805 A/D* der Firma *TA Instruments* (ehem. *BÄHR Thermoanalyse*). Das Dilatometer ermöglicht die Durchführung präziser Wärmebehandlungen an zylindrischen Proben, die zu beliebigen Zeitpunkten unterbrochen und durch Stauchversuche abgeschlossen werden können. Durch die kombinierte Anwendung von Wärmebehandlungen und mechanischen Werkstoffprüfungen kann somit das Fließverhalten von Ungleichgewichtszuständen, z. B. von unterkühlten Aluminiumlegierungen, sehr gezielt untersucht werden. Eine schematische Darstellung des Messaufbaus für die Durchführung thermomechanischer Analysen im Umformdilatometer ist in Abbildung 3.7 skizziert.

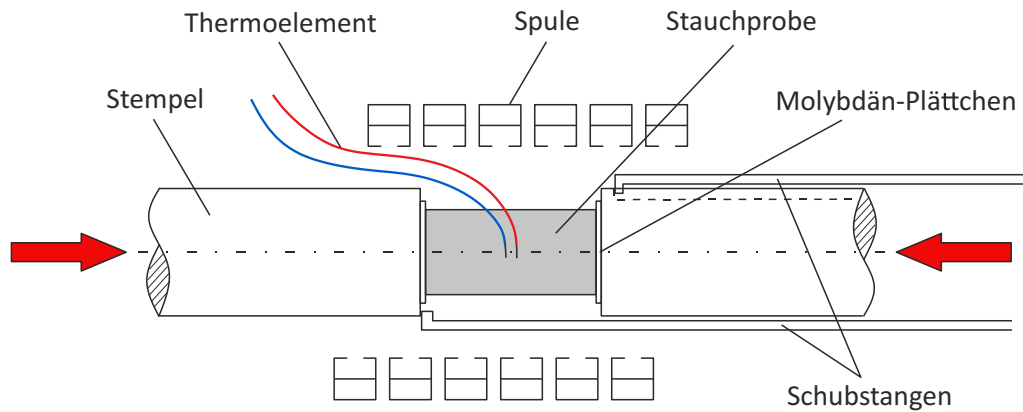


Abbildung 3.7: Prinzipieller Messaufbau für die Durchführung von thermomechanischen Analysen am Abschreck- und Umformdilatometer DIL 805 A/D.

Wie aus der Abbildung ersichtlich ist, wird in der Versuchskammer des Dilatometers eine zylindrische Probe zwischen zwei Stempeln positioniert, welche Kräfte auf die Probe übertragen können. Die Probeneinspannung erfolgt nahezu lastfrei über einen integrierten Federmechanismus des Messsystems. Während einer der Stempel für die Kraftübertragung durch ein hydraulisches Modul mit definierter Geschwindigkeit verfahren werden kann, fungiert der zweite Stempel als Gegenhalter. Die aufgebrachte Kraft wird durch eine Kraftmess-einrichtung aufgezeichnet. Für Umformkräfte von $F \leq 6,5 \text{ kN}$ wurden Stempel aus Quarzglas verwendet. Für den Fall $F > 6,5 \text{ kN}$ kam eine Aluminiumoxidkeramik (Al_2O_3) als Stempelmaterial zum Einsatz. Um eine qualitativ hochwertige Verformungsmessung zu realisieren, erfolgte die Messung der Längenänderung der Probe über Schubstangen eines induktiven Wegaufnehmers. Die Schubstangen werden über einen Federmechanismus mit Anschlagpunkten an den Stempeln in Kontakt gebracht, sodass während des Versuchs eine Verschiebung dieser Kontaktflächen gemessen wird. Durch die lokale Verformungsmessung wird der Einfluss der Maschinensteifigkeit weitgehend eliminiert. Auch wärmebedingte Längenänderungen des Stempelmaterials haben dadurch keinen Einfluss auf den gemessenen Umformweg. Die Schubstangen sind aus Quarzglas gefertigt und weisen einen sehr geringen, mittleren Längenausdehnungskoeffizienten ($\alpha = 0,45 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) auf [196]. Dadurch ist auch die thermische Ausdehnung der Schubstangen vernachlässigbar klein.

Die gesamte Versuchskammer des Dilatometers lässt sich vor Durchführung einer Wärmebehandlung über ein angeschlossenes Pumpensystem evakuieren oder mit Schutzgas befüllen. Die eigentliche Wärmebehandlung der Probe wird durch eine doppelwandige Induktionsspule realisiert, welche die Probe konzentrisch umgibt und daher eine möglichst homogene Wärmeentwicklung gewährleistet. Durch Erzeugung eines magnetischen Wechselfeldes werden im zu untersuchenden Material berührungslos Wirbelströme induziert. Bedingt durch den elektrischen Widerstand der metallischen Probe wird ein Teil der eingebrachten Leistung in Wärme umgewandelt. Die Probe wird durch die mit dem Stromfluss verbundenen Verluste durchgreifend auf definierte Art und Weise erwärmt. Da die Wärme bei induktiver Erwärmung direkt in der Probe entsteht und nicht wie bei anderen Wärmebehandlungsverfahren

durch Wärmeleitung, Konvektion oder Wärmestrahlung erfolgt, kann die Temperaturregelung nahezu verzögerungsfrei erfolgen. Die angewendete Innenfeld-Erwärmung weist außerdem einen hohen Wirkungsgrad auf, da es im Innenbereich des Induktors zu einer Feldverstärkung kommt. Die Kühlung der Induktionsspule wird über einen Wasserkreislauf durch ihren äußeren Kanal realisiert. Über den inneren, perforierten Spulenkanal kann Gas eingeleitet werden, welches unmittelbar auf die Probenoberfläche trifft. Somit lassen sich auch Abkühlprozesse gezielt regeln. Die Temperaturmessung für den Regelkreis erfolgte über ein direkt auf die Probenoberfläche geschweißtes Thermoelement (Typ S). Ein solches Thermoelement besteht aus der Metallpaarung Platin-10 % Rhodium/Platin [197] und kann sowohl in oxidierender als auch in inerter Messatmosphäre sowie im gesamten hier relevanten Temperaturbereich eingesetzt werden.

Methodik

Ziel der thermomechanischen Analysen war die Bestimmung der Festigkeits- und Verformungseigenschaften der untersuchten Aluminiumlegierungen, insbesondere im Hinblick auf den Einfluss der Legierungszusammensetzung, des aktuellen Werkstoffzustandes, der Temperatur und der Dehngeschwindigkeit. Hierzu wurden die in Abbildung 3.8 schematisch dargestellten Versuchsabläufe vorgenommen. Die systematisch variierten Versuchsparameter sind farblich hervorgehoben. Für eine systematische Untersuchung wurden Proben der verschiedenen Legierungszusammensetzungen zunächst auf Lösungsglüh Temperatur T_{LG} erwärmt und dort isotherm geglüht. Nach Abschluss der Lösungsglühung wurden die Proben mit variierenden konstanten Geschwindigkeiten \dot{T}_K auf zuvor festgelegte Verformungstemperaturen T_V abgekühlt (Abbildung 3.8 a).

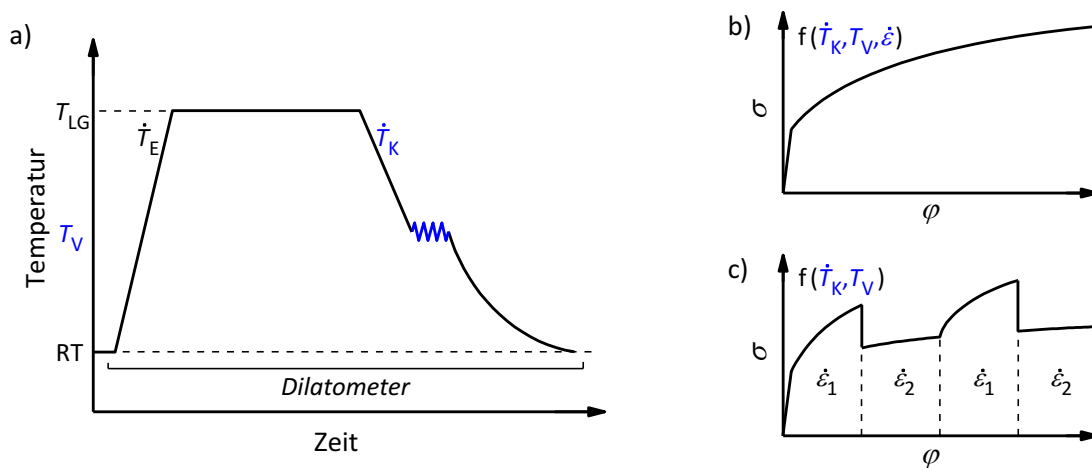


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung der Versuchsabläufe bei der thermomechanischen Analyse und von resultierenden Ergebnissen. Variierte Parameter sind blau hervorgehoben.

- a) Temperatur-Zeit-Verlauf mit Variation der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K und Verformungstemperatur T_V (Stauchvorgang schematisch eingezeichnet, $T_V = \text{konst.}$)
- b) Spannungs-Dehnungs-Kurve aus Stauchversuch ohne Dehngeschwindigkeitswechsel
- c) Spannungs-Dehnungs-Kurve aus Stauchversuch mit Dehngeschwindigkeitswechseln

Durch Variation beider Parameter lassen sich Rückschlüsse über den Einfluss der vorliegenden Mikrostruktur (z. B. Lösungsgehalt, Ausscheidungsvolumenanteil) einerseits und den Einfluss der Temperatur auf die Werkstofffestigkeit andererseits ziehen. Sobald die Probe die Verformungstemperatur erreicht hatte, wurden in-situ Stauchversuche unter isothermen Bedingungen ($T_V = \text{konst.}$) durchgeführt. Durch die aktive Regelung der Probertemperatur wird somit auch freigesetzter Umformwärme entgegengewirkt. Um letztlich den Einfluss der Dehngeschwindigkeit charakterisieren zu können, wurden zwei verschiedene Versuchsführungen umgesetzt, die in Abbildung 3.8 b bzw. c schematisch dargestellt sind.

In einer ersten Versuchsreihe (Abbildung 3.8 b) wurden Stauchversuche mit konstanter Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}^{10}$ durchgeführt. Eine Variation der Dehnrates erfolgte dabei für verschiedene Einzelversuche. Zur Beurteilung des Dehnrateneinflusses wurde die scheinbare Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit (siehe Kapitel 2.2.4) bei definierten Umformgraden φ_i ermittelt. In einer alternativen Versuchsreihe (Abbildung 3.8 c) wurden Dehnratenwechselversuche (SRJT) durchgeführt. Bei diesen Stauchversuchen erfolgten in gleichmäßigen Abständen, d. h. nach identischen Längenänderungsintervallen Δl und somit bei definierten Dehnungsbeträgen φ_i , insgesamt drei Dehnratenwechsel zwischen zwei festgelegten Dehnraten $\dot{\epsilon}_1 > \dot{\epsilon}_2$. Durch diese Versuchsführung wurde der Einfluss der Dehngeschwindigkeit auf das Fließverhalten charakterisiert, indem stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeiten berechnet wurden. Für die Auswertung wurden somit Spannungsbeträge herangezogen, die durch Extrapolation der Spannung nach einem transienten Übergang auf den Zeitpunkt des Dehnratenwechsels ermittelt worden sind.

Versuchsdurchführung

Für die Versuche wurden zylindrische Proben (Al4N, Al-Mg-, Al-Si-, Al-Mg-Si-Legierungen) mit einem Durchmesser von $\varnothing 5$ mm und einer Länge von $l_0 = 10$ mm durch spanende Bearbeitung gefertigt. Die Probenentnahme erfolgte erneut so, dass die Probenlängsachsen quer zur Hauptumformrichtung der Halbzeuge orientiert waren. Vor der Einspannung in das Dilatometer wurden die Probenabmessungen mit einem Messschieber (Auflösung 0,01 mm) kontrolliert und dokumentiert. Mittels einer Punktschweißanlage der Firma *TA Instruments* wurden die Thermoelementdrähte auf die Mantelfläche der zylindrischen Probe angebracht. Anschließend wurde die Probe mit zwei Molybdän-Plättchen an ihren Stirnflächen zwischen

¹⁰ Während die Verformungsgeschwindigkeit und die technische Dehnrates $\dot{\epsilon}$ proportional zueinander sind ($l_0 = \text{konst.}$), hängt die wahre Dehnrates $\dot{\phi}$ von der aktuellen Probenlänge ab. Somit nimmt $\dot{\phi}$ aufgrund der Stauchung der Probe bei Versuchsdurchführung mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit zu. Eine Durchführung mit konstanter wahrer Dehngeschwindigkeit würde eine kontinuierliche Verringerung der Verfahrgeschwindigkeit des Umformstempels erfordern, welche vom Umformdilatometer regelungstechnisch nicht realisiert werden kann. Alle Versuche wurden daher mit konstanter technischer Dehngeschwindigkeit durchgeführt. Für kleine Längenänderungen bzw. Umformgrade ist der Unterschied zwischen $\dot{\epsilon}$ und $\dot{\phi}$ noch nicht signifikant.

den Umformstempeln eingespannt und zentrisch in der Induktionsspule positioniert (vgl. Abbildung 3.7). Die dünnen Plättchen aus Molybdän verbessern einerseits die Reibeigenschaften an den Kontaktflächen zu den Stempeln und vermindern somit ein Ausbauchen der Proben bei größeren Verformungen. Darüber hinaus wird durch die Plättchen ein Verbinden der Proben mit den Druckstempeln bei hohen Temperaturen verhindert.

Die Wärmebehandlung von Proben aus Al4N und Al-Si-Legierungen erfolgte unter Vakuumatmosphäre, um Oxidationsreaktionen weitgehend zu verhindern. Es ist bekannt, dass es in Mg-haltigen Aluminiumlegierungen bei Durchführung von Wärmebehandlungen an oxidierender Atmosphäre zu einem Verlust von Mg-Atomen und somit zu einer Verringerung des Mg-Gehaltes der Legierung kommen kann [198]. Hidvégi et al. [199] führen diesen Verlust auf die Verdampfung von Mg-Atomen zurück und haben gezeigt, dass ein solcher Verlust an Mg auch in Vakuumatmosphäre auftritt. Wärmebehandlungen an Mg-haltigen Legierungen (Al-Mg- und Al-Mg-Si-Legierungen) wurden unter Berücksichtigung dieser Erkenntnisse unter Schutzgasatmosphäre vorgenommen. Hierzu wurde die Versuchskammer des Dilatometers zunächst evakuiert und anschließend mit Stickstoff (N₂) befüllt. Als Kühlgas kam bei allen Werkstoffen ebenfalls N₂ zum Einsatz.

Nach Abschluss der beschriebenen Versuchsvorbereitungen wurden die Versuche nach dem Schema in Abbildung 3.8 durchgeführt. Die Wahl der untersuchten Wärmebehandlungsparameter basierte auf den Ergebnissen der DSC-Experimente und variierte daher zwischen den verschiedenen Legierungen. Während sich der untersuchte Umformtemperaturbereich im Wesentlichen nach der durchgeführten Lösungsglühbehandlung der jeweiligen Legierung richtete ($T_V < T_{LG}$), wurden die Abkühlgeschwindigkeiten auf Grundlage des gemessenen Ausscheidungsverhaltens gewählt. Im Wesentlichen wurden vollständig übersättigte Werkstoffzustände untersucht, sodass sich die gewählten Abkühlgeschwindigkeiten an der zuvor bestimmten kritischen Abschreckgeschwindigkeit der jeweiligen Legierung orientierten ($\dot{T}_K > \dot{T}_{krit}$). Für einige Legierungen erfolgte zusätzlich eine Variation der Abkühlgeschwindigkeit, um definierte Werkstoffzustände einzustellen und den Einfluss von abkühlinduzierten Ausscheidungen zu untersuchen. Im direkten Anschluss an die Wärmebehandlung wurden die Proben in-situ bei jeweiliger Verformungstemperatur umgeformt. Insgesamt wurden die zylindrischen Proben um $|\Delta l_{max}| = 2$ mm gestaucht und dabei Umformkraft sowie Längenänderung gemessen. Für die Bestimmung von Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeiten wurde die Dehnrates über insgesamt drei Größenordnungen ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) variiert. Die resultierenden Umformdauern sind in Tabelle 3.6 angegeben. Lediglich für die Al-Mg-Si-Legierung wurde keine Dehnratesvariation durchgeführt. Der Versuchsumfang beschränkt sich in diesem Fall auf eine Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, da es bei langsamerer Dehngeschwindigkeit insbesondere bei hohen Temperaturen während der Umformung zur Ausscheidungsbildung kommt. Durch die Änderung der Mikrostruktur wäre aus den resultierenden Fließkurven kein Rückschluss auf den Einfluss von Temperatur und Dehnrates möglich. Für jeden Parametersatz wurden mindestens drei Proben geprüft.

Tabelle 3.6: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von thermomechanischen Analysen für die Charakterisierung des mechanischen Fließverhaltens.

Versuchsparameter		Al4N	Al-Mg	Al-Si	Al-Mg-Si
Wärmebehandlung	Messatmosphäre	Vakuum	N ₂	Vakuum	N ₂
	Erwärmgeschwindigkeit \dot{T}_E	2 K/s			
	Lösungsglühtemperatur T_{LG}	540 °C	340 °C	540 °C	
	Lösungsglühdauer t_{LG}	20 min			
	Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K	1 K/s	3·10 ⁻⁴ – 1 K/s	10 ⁻⁴ – 1 K/s	10 K/s
Umformung	Verformungstemperatur T_V	30 – 500 °C	30 – 300 °C	30 – 500 °C	
	Dehngeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$	10 ⁻³ – 10 ⁻¹ s ⁻¹			10 ⁻¹ s ⁻¹
	Verformungsweg $ \Delta l_{\max} $	2 mm			
	resultierende Umformdauer	200 – 2 s			2 s
SRJT	Verformungstemperatur T_V	30 – 300 °C			-
	Dehngeschwindigkeit	$\dot{\epsilon}_1 = 10^{-1} \text{ s}^{-1} / \dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$			-
	Längenänderungsintervall $ \Delta l $ mit $\dot{\epsilon}_i = \text{konst.}$	0,5 mm			-
	Verformungsweg $ \Delta l_{\max} $	2 mm			-

Bei Durchführung der SRJT wurde mehrfach zwischen maximaler ($\dot{\epsilon}_1 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) und minimaler ($\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) Dehngeschwindigkeit gewechselt, sodass ein Dehnratenverhältnis von 1:100 untersucht worden ist. Die Dehnratenwechsel erfolgten dabei stets nach einem Längenänderungsintervall von $|\Delta l| = 0,5 \text{ mm}$. Insgesamt wurden die Proben auch bei dieser Versuchsführung um $|\Delta l_{\max}| = 2 \text{ mm}$ gestaucht, so dass drei Dehnratenwechsel realisiert worden sind. SRJT wurden für jeden untersuchten Parametersatz an zwei Proben durchgeführt. Eine Zusammenstellung der legierungsspezifisch gewählten Versuchsparameter bzw. -parameterbereiche ist in Tabelle 3.6 gegeben.

Auswertung der Messdaten

Die Auswertung aller Messdaten erfolgte unter Anwendung der Software *Origin*. Zur Beurteilung des Fließverhaltens wurden die aufgenommenen Kraft-Längenänderungs-Kurven unter Anwendung der Gleichungen 2.24 und 2.25 in wahre Spannungs-Dehnungs-Kurven umgerechnet. Durch die Belastung bei einem Stauchversuch werden negative (Druck-)Spannungen (σ_n bzw. σ) und negative Dehnungen (ϵ bzw. φ) hervorgerufen. An dieser Stelle sei ausdrücklich darauf hingewiesen, dass nachfolgend für eine bessere Übersichtlichkeit der Ergebnisdarstellung ausschließlich die Beträge der Messgrößen Spannung ($|\sigma_n|$ bzw. $|\sigma|$) und Dehnung ($|\epsilon|$ bzw. $|\varphi|$) betrachtet werden. Auf die durchgehende Verwendung von Betragsstrichen wird dabei verzichtet.

Für die Berechnung der Fließkurven bedarf es neben den Messwerten für Kraft und Längenänderung auch der Kenntnis von Anfangslänge l_0 der Probe und ihres Anfangsquerschnittes S_0 auf Prüftemperatur unmittelbar vor dem eigentlichen Stauchversuch. Beide

Größen sind maßgeblich von der zuvor durchgeführten Wärmebehandlung abhängig und können somit nicht direkt aus der Probenvermessung während der Versuchsvorbereitung abgeleitet werden. Unterschiedliche Einflüsse können die Probenabmessungen während der Wärmebehandlung beeinflussen und müssen daher Berücksichtigung bei der Umrechnung finden. Der offensichtlichste Einfluss geht auf die thermisch bedingte Ausdehnung der Probe zurück. Da die Umformtemperatur der Stauchversuche in weiten Grenzen variiert worden ist, müssen die tatsächlichen Probenabmessungen bei verschiedenen Umformtemperaturen bestimmt werden. Hierzu wurde die Längenänderung bereits während der gesamten Wärmebehandlung messtechnisch erfasst. Neben fertigungstechnischen Abweichungen von den idealen Probenabmessungen, die durch die Vermessung bei der Versuchsvorbereitung bestimmt werden, können durch die Aufzeichnung der Längenänderung ebenfalls Abmessungsänderungen ermittelt werden, welche durch die thermische Historie der Probe hervorgerufen werden. Diese Vorgehensweise ist jedoch nicht nur zur Ermittlung der rein thermischen Ausdehnung bedeutsam, sondern auch für die Bestimmung von Abmessungsänderungen, die auf Phasenumwandlungsprozessen während der Wärmebehandlung beruhen. So zeigten etwa Lasagni et al., dass eine Ausscheidung von reinem Si sowohl in Al-Si-Legierungen [43,57,59] als auch in Al-Mg-Si-Legierungen [200] mit Si-Überschuss zu dilatometrisch erfassbaren Längenänderungen führen kann. Mit Verweis auf Saulnier [44] und van Mourik [45] führen sie dies auf das um 21,4 % größere Atomvolumen von Si in kd-Struktur im Vergleich zu in der Aluminiummatrix (kfz) gelöstem Si zurück [43]. Der Ausscheidung von Mg_2Si (kfz) in Al-Mg-Si-Legierungen schreiben sie hingegen keinen Einfluss auf die Längenänderung zu [200]. Da es bei Erwärmung der Proben aus dem AZ zu Phasenumwandlungen kommt und auch beim Abkühlen je nach Abkühlgeschwindigkeit Ausscheidungsprozesse ablaufen können, wurde der Einfluss durch Erfassung der Längenänderung während der Wärmebehandlung mit berücksichtigt.

Ein Vergleich von Fließkurven untereinander lässt Rückschlüsse auf den Einfluss verschiedener Parameter wie Werkstoffzustand, Temperatur und Dehngeschwindigkeit zu. Da für jeden Parametersatz mehrere Versuche durchgeführt worden sind, wurden für alle Fließkurven die Spannungsbeträge $\sigma_{l\varphi_i}$ (Fließspannung) bei definierten Beträgen der Dehnung $\varphi_i = 0,025; 0,05; 0,10; 0,15$ und $0,20$ ausgewertet. Zusätzlich wurde die Fließgrenze σ_f als Spannung bei 0,2 % plastischer Dehnung bestimmt. Durch die Ermittlung der Werte lassen sich an den definierten Stützstellen statistische Aussagen treffen, z. B. zum Mittelwert der Fließspannung und zu maximalen Fließspannungsabweichungen der Einzelversuche.

Die Charakterisierung der Verformungsverfestigung erfolgte auf Grundlage von Kocks-Mecking-Plots (vgl. Kapitel 2.2.4). Die dafür erforderliche Verfestigungsrate θ wurde durch Differentiation der wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven berechnet. Herangezogen wurde dafür ausschließlich der Bereich elastisch-plastischer Dehnung mit $0,002 \leq \varphi \leq 0,2$. Aufgrund von Spannungsausschlägen (serrations), insbesondere bei hohen Temperaturen und/oder niedriger Dehnrate, wurde auf eine numerische Differentiation verzichtet.

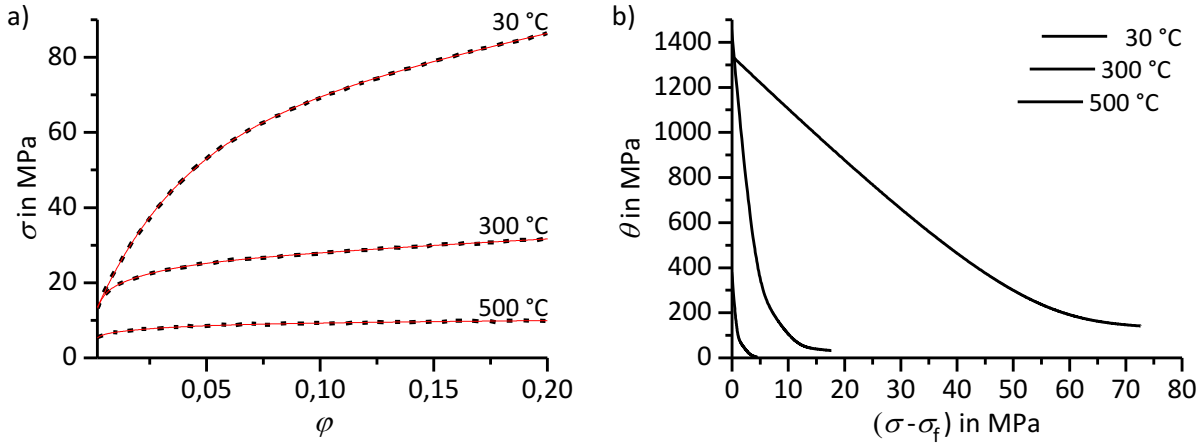


Abbildung 3.9: Vorgehensweise zur Erstellung von Kocks-Mecking-Plots für die Charakterisierung der Verformungsverfestigung.

- a) Funktionsfits (rot) gemessener Spannungs-Dehnungs-Kurven mit exponentiellem Ansatz
- b) Auftragung der differenzierten Funktionen ($\theta = d\sigma_F/d\varphi$) über der wahren Spannung

Die Differentiation erfolgte stattdessen an analytischen Funktionen, die aus nichtlinearen Kurvenfits der einzelnen Fließkurven resultierten. Die Fließkurven wurden im genannten Dehnungsbereich mit einem selbst gewählten exponentiellen Ansatz der Form

$$\sigma = \sigma_0 + A_1 e^{\frac{\varphi}{b_1}} + A_2 e^{\frac{\varphi}{b_2}} + A_3 e^{\frac{\varphi}{b_3}} \quad (\text{Gleichung 3.11})$$

gefittet. Auch wenn sich die genutzte Gleichung auf keine physikalische Basis stützt, können alle Fließkurvenverläufe unabhängig vom Werkstoff und von den Umformbedingungen sehr genau abgebildet werden.

Die gute Übereinstimmung der Fit-Funktionen mit gemessenen Werten ist in Abbildung 3.9a exemplarisch für Fließkurven einer Al-Si-Legierung bei verschiedenen Temperaturen dargestellt. Die Ableitung der analytischen Funktion $d\sigma_F/d\varphi$ ergibt die Verfestigungsrate θ (siehe Gleichung 2.26). Zur Beurteilung von Einflüssen auf die Verfestigungsraten wurden Kocks-Mecking-Plots verwendet, in denen die Verfestigungsrate über der um die Fließgrenze bereinigten wahren Spannung (d. h. über dem Fließspannungszuwachs durch plastische Verformung) dargestellt wird. Die aus den Fließkurven in Abbildung 3.9a resultierenden Verfestigungsverläufe sind in Abbildung 3.9b wiedergegeben.

Die scheinbare Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit wurde anhand der gemittelten Spannungswerte aus Spannungs-Dehnungs-Verläufen berechnet, welche mit unterschiedlichen, jedoch über den gesamten Versuch konstanten Dehnraten ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) aufgenommen worden sind. Hierbei wurde der nichtlineare Zusammenhang zwischen Dehnrates und Fließspannung nach Gleichung 2.20 durch geeignete Transformation auf einen einfacheren, linearen Ansatz zurückgeführt. Logarithmieren (hier: dekadischer Logarithmus) von Gleichung 2.20 führt zu

$$\lg \sigma_F = \lg(K\varphi^m) = \lg K + \lg(\varphi^m) = \lg K + m \lg \varphi \quad (\text{Gleichung 3.12}),$$

sodass man durch doppelt-logarithmische Darstellung von zugehörigen Wertepaaren (σ_i, φ_i) bei einer definierten Dehnung φ eine Gerade mit der Steigung m erhält.

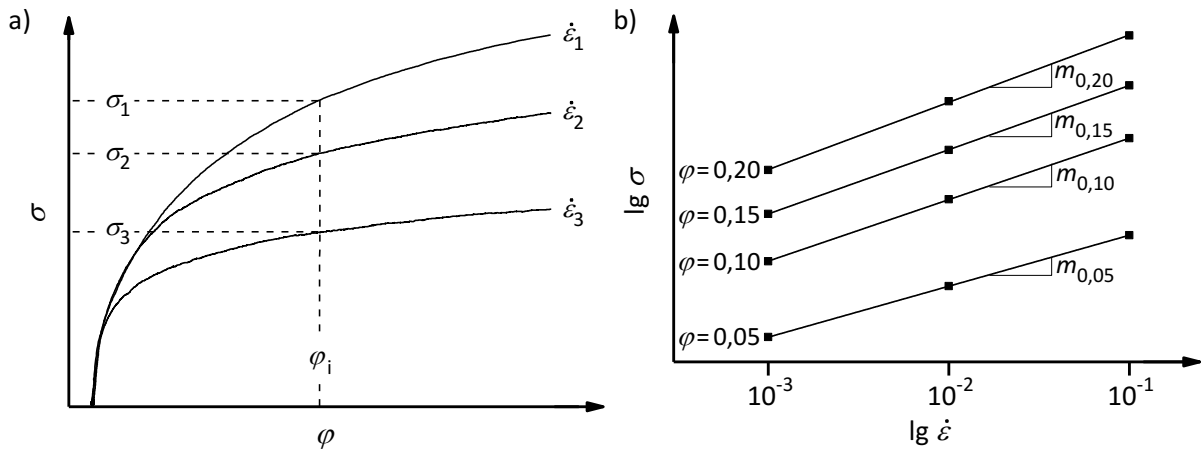


Abbildung 3.10: Vorgehensweise zur Berechnung der scheinbaren Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.

- a) Bestimmung von Wertepaaren $(\sigma_i, \dot{\varepsilon}_i)$ bei definierten Dehnungswerten φ_i
- b) Doppelt-logarithmische Auftragung der Wertepaare $(\sigma_i, \dot{\varepsilon}_i)$ und Durchführung von linearen Regressionen zur Berechnung des Index m bei definierten Dehnungswerten φ_i

Die Steigung und somit der SRS-Index m (vgl. Gleichung 2.27) lässt sich durch lineare Regression bestimmen. Die Vorgehensweise der Auswertung ist in Abbildung 3.10 schematisch dargestellt. Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass die Versuche mit konstanter technischer Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$ durchgeführt wurden und somit stets Wertepaare $(\sigma_i, \dot{\varepsilon}_i)$ für die Auswertung herangezogen worden sind. Auf die Berechnung der SRS hat dies jedoch keinen Einfluss.

Die SRS stellt keine Materialkonstante dar und kann sowohl von der Dehnung als auch vom untersuchten Dehngeschwindigkeitsbereich abhängig sein (siehe z. B. [129,130]). Häufig wird die SRS bei Dehnungswerten von 0,05 und 0,10 bestimmt. Auf eine Bestimmung von m bei größeren Dehnungsbeträgen wird meist verzichtet, um einen Einfluss der Umwandlungswärme ausschließen zu können. In dieser Arbeit wurden alle Fließkurven unter isothermen Bedingungen aufgenommen. Der entstehenden Umwandlungswärme wird somit aktiv durch zusätzliche Kühlung entgegengewirkt, sodass eine Berechnung der SRS zusätzlich bei $\varphi = 0,15$ und $\varphi = 0,20$ erfolgen konnte. Nach Larour [130] ist eine lineare Regression zur Bestimmung der SRS über einen sehr großen Dehngeschwindigkeitsbereich nicht zielführend, da insbesondere bei Einbeziehung sehr hoher Dehnraten kein linearer Zusammenhang mehr besteht. Die Bestimmung der SRS sollte daher abschnittsweise für mehrere Dehngeschwindigkeitsbereiche durchgeführt werden. Die bestimmte SRS kann dann als durchschnittlicher Wert für den jeweiligen Bereich angesehen werden. Bei den in dieser Arbeit untersuchten Dehnraten ($\dot{\varepsilon} = 10^{-3} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) handelt es sich um relativ niedrige Umformgeschwindigkeiten, die nach [130] in einen gemeinsamen Abschnitt fallen. Eine abschnittsweise Berechnung der SRS erfolgte daher nicht.

Die Berechnung der stationären Dehnratenempfindlichkeit erfolgte auf Grundlage der durchgeführten SRJT. Durch Anwendung des Differenzenquotienten (vgl. Gleichung 2.27)

$$m|_{\varphi} = \frac{\lg(\sigma_1) - \lg(\sigma_2)}{\lg(\dot{\varphi}_1) - \lg(\dot{\varphi}_2)} = \frac{\lg(\sigma_1/\sigma_2)}{\lg(\dot{\varphi}_1/\dot{\varphi}_2)} \quad (\text{Gleichung 3.13})$$

konnte der Index m für Dehnungsbeträge φ_i , bei denen die Dehnratenwechsel erfolgten, aus den zwei Spannungswerten σ_1 und σ_2 ermittelt werden. Diese korrespondieren erneut zu den unterschiedlichen Dehngeschwindigkeiten, wobei auf Grund der Versuchsführung auch hier die technischen Dehnraten $\dot{\epsilon}_1$ und $\dot{\epsilon}_2$ betrachtet werden müssen.

Die Ermittlung der Wertepaare $(\sigma_i, \dot{\epsilon}_i)$ ist grafisch in Abbildung 3.11 a dargestellt. Wie in Kapitel 2.2.4 beschrieben, muss zur Bestimmung der stationären SRS die Fließspannung nach transientem Übergang auf den Zeitpunkt des Dehnratenwechsels extrapoliert werden. Hierzu wurden, wie angedeutet, Tangenten an die Fließkurve angelegt, deren Schnittpunkte mit den Segmentgrenzen die Spannungsbeträge kennzeichnen. Die stationäre SRS wurde für alle untersuchten Prüfbedingungen an jeweils zwei Versuchen ermittelt. Anschließend wurde der Mittelwert bestimmt. Insgesamt erfolgten drei Dehnratenwechsel nach Längenänderungsintervallen von jeweils $|\Delta l| = 0,5 \text{ mm}$, sodass die stationäre SRS für wahre Dehnungsbeträge von $\varphi_i = 0,051; 0,105; 0,163$ bestimmt worden ist. Abbildung 3.11b zeigt einen am Dilatometer realisierten Dehngeschwindigkeitsverlauf für den gesamten Versuch. Es ist ersichtlich, dass die Absolutwerte der Dehngeschwindigkeit nah an den theoretischen Vorgaben liegen. Der scheinbar unregelmäßige Verlauf der Dehnrates in Segmenten mit $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ist auf die logarithmische Skalierung zurückzuführen. Ein Einschwingen der Dehngeschwindigkeit kann ebenfalls nicht beobachtet werden. Beim Wechsel der Dehngeschwindigkeit kommt es lediglich zu kurzzeitigen Übergangsbereichen, in denen keine konstante Dehnrates vorliegt.

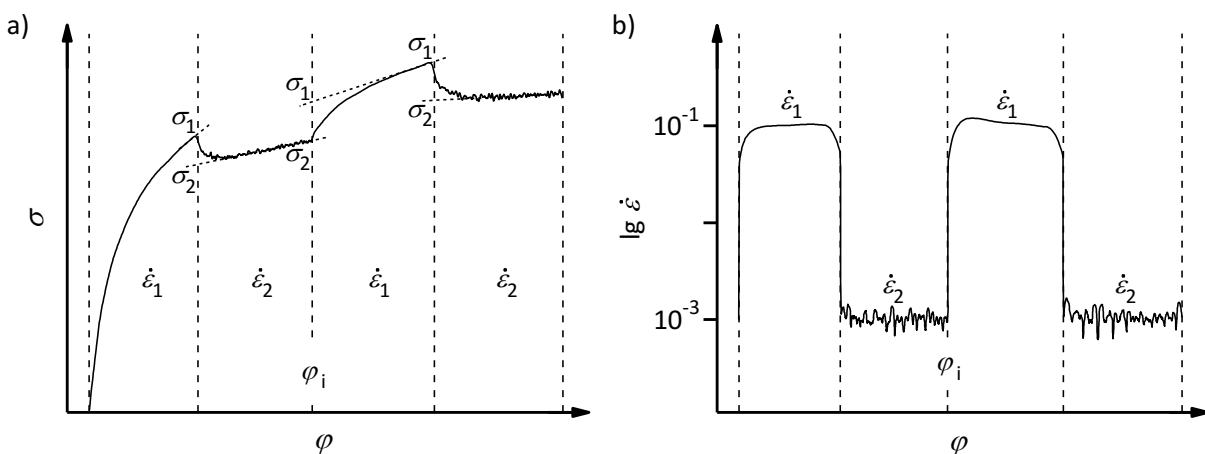


Abbildung 3.11: Vorgehensweise zur Berechnung der stationären Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.

- Bestimmung von Wertepaaren $(\sigma_i, \dot{\epsilon}_i)$ durch Extrapolation der Fließspannung auf den Zeitpunkt des Dehnratenwechsels
- Realisierter Dehnratesverlauf bei SRJT am Abschreck- und Umformdilatometer

4 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Arbeit werden in diesem Kapitel werkstoffspezifisch dargestellt und beschrieben. Die Untergliederung der Ergebnisdarstellung orientiert sich an den untersuchten Legierungssystemen, wobei die Darstellung der Ergebnisse innerhalb der Unterkapitel für alle untersuchten Werkstoffe weitgehend identisch erfolgt. Es wird zunächst stets auf die Mikrostrukturentwicklung während der durchgeführten Wärmebehandlungen eingegangen, bevor das Fließverhalten in Abhängigkeit verschiedener Einflussgrößen beschrieben wird. Unterschiede in den Ausführungen und im Umfang der Ergebnisdarstellung ergeben sich durch legierungsspezifische Besonderheiten. So können in Reinaluminium und den hochreinen, niedriglegierten Al-Mg-Legierungen beispielsweise keine Fremdphasen auftreten, was eine Untersuchung des Ausscheidungsverhaltens überflüssig macht. In anderen Werkstoffen laufen hingegen intensive Ausscheidungsreaktionen ab, sodass eine vollumfängliche Untersuchung mittels DSC, Mikrostrukturanalytik sowie eine Modellierung der Ausscheidungskinetik erfolgen können.

Die Ergebnisdarstellung erfolgt grundsätzlich nach folgendem Muster. Bei Beschreibung der Mikrostrukturentwicklung wird als erstes auf das Ausscheidungsverhalten eingegangen. Die Ergebnisse der DSC-Untersuchungen werden dabei in einer aus drei Einzeldiagrammen bestehenden Übersicht wiedergegeben. Dargestellt sind jeweils die spezifische Wärmekapazitätsdifferenz und die Reaktionsenthalpie als Funktionen der Temperatur sowie die gesamte Enthalpieänderung nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Kühlgeschwindigkeit. Bei Übersichtsdiagrammen der spezifischen Wärmekapazitätsdifferenz sind immer zugehörige Nulllinien eingezeichnet. Pfeile in den Diagrammen kennzeichnen, ob Abweichungen der einzelnen DSC-Kurven von ihren Nulllinien exothermen oder endothermen Reaktionen entsprechen. Die aus Ausscheidungsreaktionen resultierenden Enthalpieänderungen sind stets negativ. Für die Beschreibung einiger Ergebnisse werden jedoch die Absolutwerte herangezogen. In diesen Fällen sind die Ergebnisgrößen mit Betragsstrichen versehen. Fehlerbalken an Enthalpiewerten kennzeichnen die abgeschätzte Messunsicherheit von $\pm 5\%$ (siehe Kapitel 3.2). An die DSC-Ergebnisse zum Ausscheidungsverhalten schließen sich die Resultate der metallografischen Untersuchungen an. Dabei werden Erkenntnisse zu gebildeten Phasen beschrieben. Neben dem Ausscheidungsverhalten werden bei der Mikrostrukturcharakterisierung auch die Ergebnisse der Korngrößenuntersuchungen vorgestellt.

Das mechanische Fließverhalten wird für alle Werkstoffe ebenfalls anhand einheitlicher Diagramme beschrieben. Die Parameter der vorangegangenen Wärmebehandlung (Abbildung 3.8) – insbesondere zur Kühlgeschwindigkeit \dot{T}_K und zur Verformungstemperatur T_V – sind den Legenden bzw. den Anmerkungen an den Messkurven zu entnehmen. Selbiges gilt für die Angabe der Dehnrates $\dot{\epsilon}$. In einer ersten Übersichtsdarstellung sind die temperaturabhängigen wahren Spannungs-Dehnungs-Diagramme für unterschiedliche Dehnraten zusammengestellt. Zusätzlich sind Spannungswerte bei definierten Beträgen der

Dehnung in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt. Fehlerbalken kennzeichnen in diesem Fall die minimalen und maximalen Abweichungen der Spannungsbeträge aus Einzelmessungen vom Mittelwert. Zur Beurteilung des Verfestigungsverhaltens werden die resultierenden Kocks-Mecking-Plots abgebildet und beschrieben. Für die Charakterisierung der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit werden die Ergebnisse aus Versuchen mit konstanter Dehnraten den aus Versuchen mit Dehnratenwechseln gegenübergestellt. Die daraus abgeleiteten scheinbaren und stationären Dehnratenempfindlichkeiten werden sowohl in Abhängigkeit der Dehnung als auch der Temperatur in weiteren Diagrammen dargestellt.

4.1 Reinaluminium (Al4N)

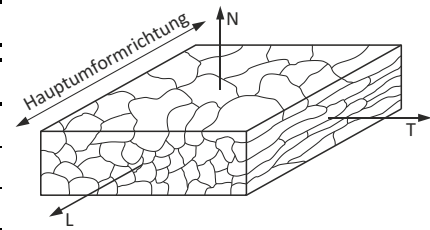
4.1.1 Mikrostrukturentwicklung

Aluminium mit einer Reinheit von 99,99 % (Al4N) diente als Referenzwerkstoff für die Untersuchungen des plastischen Verformungsverhaltens. Da es sich bei diesem Werkstoff um reines Aluminium handelt, können unabhängig von der Prüftemperatur weder gelöste Fremdatome noch ausgeschiedene Phasen vorliegen. Eine Untersuchung des Ausscheidungsverhaltens erfolgte daher nicht.

Während Phasenumwandlungen in diesem Werkstoff nicht auftreten können, haben Wärmebehandlungen dennoch Einfluss auf die Mikrostruktur. Insbesondere die Korngrößen werden durch Glühbehandlungen bei hohen Temperaturen beeinflusst. Im AZ konnten im Längsschliff (L-N) langgestreckte Körner nachgewiesen werden. Ihre Vorzugsorientierung entspricht der Hauptumformrichtung. Die gestreckte Korngeometrie zeigte sich auch im Flachschiiff (L-T). Die Korngrößen waren dabei so groß, dass eine sinnvolle Messung der mittleren Korngrößen mittels mikroskopischer Betrachtung nicht möglich war. In Längsrichtung erstrecken sich die Körner über mehrere mm. Auch in die jeweils anderen Orientierungen betragen die Abmessungen mehrerer 100 μm . Im Querschliff (T-N) ist die Korngröße deutlich geringer. Mittels Linienschnittverfahren wurde hier eine mittlere Korngröße von $d_K \approx 490 \mu\text{m}$ ermittelt. Wird am kaltgewalzten AZ eine Glühung bei 540 °C mit nachfolgender Wasserabschreckung (LG-H₂O) vorgenommen (Kapitel 3.3), stellt sich ein vollständig rekristallisiertes Gefüge ein. Eine Vorzugsrichtung ist dabei nicht mehr wahrzunehmen. Die mittleren Korngrößen d_K liegen in allen drei Schliffebene bei etwas über 300 μm , wie in Tabelle 4.1 zusammengefasst ist. Die Wärmebehandlung führt somit aufgrund der hohen Umformgrade im Halbzeug zu einer Kornfeinung im Vergleich zum AZ. Im Zustand LG-KO, d. h. nach langsamer Abkühlung im Kammerofen, stellt sich ebenfalls eine rekristallisierte Kornstruktur ohne Vorzugsorientierung der Körner ein. Die mittleren Korngrößen liegen im Vergleich zum Zustand LG-H₂O etwas höher, was auf weiteres Kornwachstum während der langsamen Abkühlung schließen lässt.

Tabelle 4.1: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Reinaluminium (Al4N) für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliffebene.

Schliffebene	mittlerer Korndurchmesser d_K in μm		
	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	490	320	470
L-N (Längsschliff)	-	320	390
L-T (Flachschliff)	-	320	460



Für alle Werkstoffe, die als gewalzte Bleche vorlagen (Reinaluminium und binäre Legierungen), zeigten sich bei der Korngrößenuntersuchung sehr ähnliche Ergebnisse. Während im AZ stets eine Walztextur mit enorm großen, langgestreckten Körnern nachgewiesen werden konnte, führen die durchgeführten Wärmebehandlungen in all diesen Werkstoffen zu einer vollständigen Rekristallisation und zu Kornstrukturen ohne Vorzugsorientierung. Lediglich die resultierenden Korngrößen variieren je nach Legierungssystem und Fremdatomkonzentration. In den nachfolgenden Kapiteln wird die Angabe der mittleren Korngrößen daher stets auf die tabellarische Zusammenfassung beschränkt. Abbildung 4.38 zeigt metallografische Schliffbilder am Beispiel der Legierung AlSi_{0,25}.

4.1.2 Fließverhalten

Die wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Zylinderstauchversuchen mit konstanter Dehngeschwindigkeit (vgl. Abbildung 3.8 a und b) sind in Abbildung 4.1 (a, c, e) dargestellt. Unabhängig von der Dehnrates weist das reine Aluminium bei allen Temperaturen eine sehr geringe Fließgrenze auf. Während σ_f bei RT etwa 10 MPa beträgt, fällt die Fließgrenze bis 500 °C auf $\sigma_f \approx 4$ MPa ab. Mit zunehmender Umformung ist ein Spannungsanstieg wahrzunehmen. Für alle untersuchten Dehnrates zeigt sich dabei ein deutlicher Temperatureinfluss auf das Verfestigungsverhalten. Das Fließspannungsniveau und somit das Verfestigungsvermögen nimmt im Allgemeinen mit steigender Temperatur ab. Besonders eindrucksvoll geht das aus den Spannungswerten für definierte Dehnungsbeträge $\sigma_{|\varphi_i}$ hervor (Abbildung 4.1 (b, d, f)). Bei einer Verformungstemperatur von 30 °C steigt die Fließspannung auf Werte $\sigma_F > 60$ MPa an. Mit steigender Temperatur ist dann ein deutlicher Abfall von σ_F zu beobachten. Bereits eine Erhöhung von T_V auf 100 °C führt zu signifikant niedrigeren Fließspannungen. Bei sehr hohen Temperaturen $T_V \geq 400$ °C weist σ_F letztlich für alle Dehnungen sehr ähnliche Werte auf. Eine nennenswerte Verfestigung tritt nicht mehr ein. Grundsätzlich ist hier jedoch auf den Einfluss der Dehnrates zu achten. Eine höhere Dehngeschwindigkeit hat scheinbar bei allen Temperaturen eine größere Verfestigungswirkung zur Folge. Aus beiden Diagrammtypen geht außerdem hervor, dass die wesentliche Fließspannungszunahme bei auftretender Verformungsverfestigung zu Beginn der Umformung, d. h. bei kleinen Dehnungen erfolgt. Die Fließkurven flachen im weiteren Verlauf immer weiter ab, sodass auch die Differenzen der Fließspannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ mit zunehmender Dehnung geringer ausfallen. Die maximalen Abweichungen von Spannungswerten aus

Einzelmessungen zum Mittelwert aus drei unabhängigen Messungen sind durch Fehlerbalken gekennzeichnet. Es wird dadurch ersichtlich, dass eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Spannungs-Dehnungs-Kurven gegeben ist. Die größten Abweichungen treten bei den höchsten Spannungsbeträgen, d. h. bei kleinen Verformungstemperaturen und großen Dehnungen, auf und liegen dort bei etwa 2 MPa.

Fließkurven, die mit einer geringen Dehngeschwindigkeit von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ aufgenommen wurden, sind mit kleinen Spannungsausschlägen ($\Delta\sigma \approx 1 \text{ MPa}$) versehen. Die Regelung der isothermen Temperatur während des Stauchversuchs weist die gleiche Qualität wie bei schnelleren Dehnraten auf, sodass die Spannungsschwankungen nicht auf Temperaturschwankungen zurückzuführen sind. Auch ein Einfluss des Werkstoffes scheint unwahrscheinlich, da Reckalterungsprozesse (z. B. PLC-Effekt) durch gelöste Fremdatome hervorgerufen werden und in der Regel nur in bestimmten Temperatur- und Dehnungsbereichen auftreten. Da die Spannungsausschläge während des gesamten Versuchs vorkommen und ihre Ausprägung und Größe unabhängig von der Umformtemperatur sind, ist zu vermuten, dass sie aus der messtechnischen Erfassung von Kraft und Weg oder aus der Regelung der Stempelgeschwindigkeit am Dilatometer resultieren. Geringe Spannungsausschläge wurden bei der kleinsten Dehnrade zudem für alle untersuchten Werkstoffe beobachtet, was ebenfalls gegen eine werkstoffbedingte Ausprägung spricht.

Das unterschiedliche temperatur- und dehnratenabhängige Verfestigungsverhalten geht aus den Kocks-Mecking-Plots in Abbildung 4.2 hervor. Die anfängliche Verfestigungsrate θ_0 liegt bei tiefen Temperaturen für beide dargestellten Dehnraten bei ungefähr 1500 MPa. Für Temperaturen $T_V > 100 \text{ °C}$ kommt es zu einem kontinuierlichen Abfall von θ_0 . Für die langsamere Dehnrade von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (Abbildung 4.2 a) fällt dieser Abfall deutlich intensiver aus, was die geringere Verfestigungswirkung nochmals unterstreicht. Mit ansteigender Fließspannung ist für alle Kurven eine nahezu lineare Abnahme der Verfestigungsrate festzustellen. Sowohl eine Erhöhung der Temperatur als auch eine Reduzierung der Dehngeschwindigkeit führt zu einem steileren Abfall und somit zu einer schnelleren Abnahme der Verformungsverfestigung. An die anfänglich lineare Verringerung der Verfestigungsrate schließt sich ein Bereich an, in welchem kein linearer Zusammenhang zwischen θ und der Spannungszunahme mehr besteht. Während der Übergang zu diesem Bereich bei tiefen Temperaturen allmählich erfolgt und nicht klar definiert ist, tritt eine Abgrenzung zum linearen Bereich des Kocks-Mecking-Plots bei Temperaturen $T_V \geq 200 \text{ °C}$ klarer in Erscheinung. Die Abnahme der Verfestigungsrate in diesem Bereich fällt erheblich geringer aus. Bei hohen Temperaturen wird scheinbar dennoch eine Sättigungsspannung erreicht ($\theta = 0$), sodass sich ein Zustand einstellt, in welchem trotz zunehmender Verformung keine Spannungszunahme mehr erfolgt.

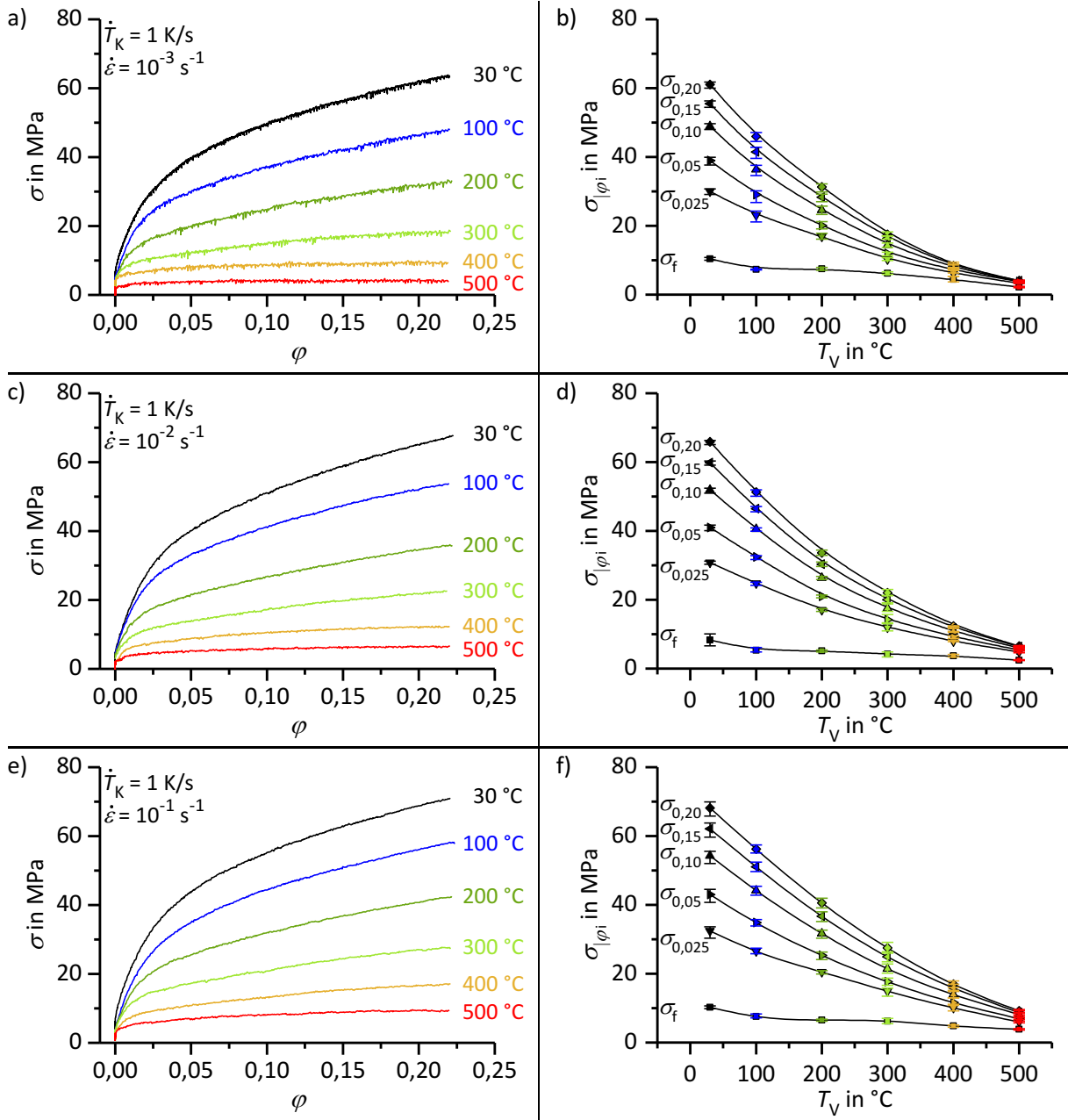


Abbildung 4.1: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i|}$ (b, d, f) von Al4N in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

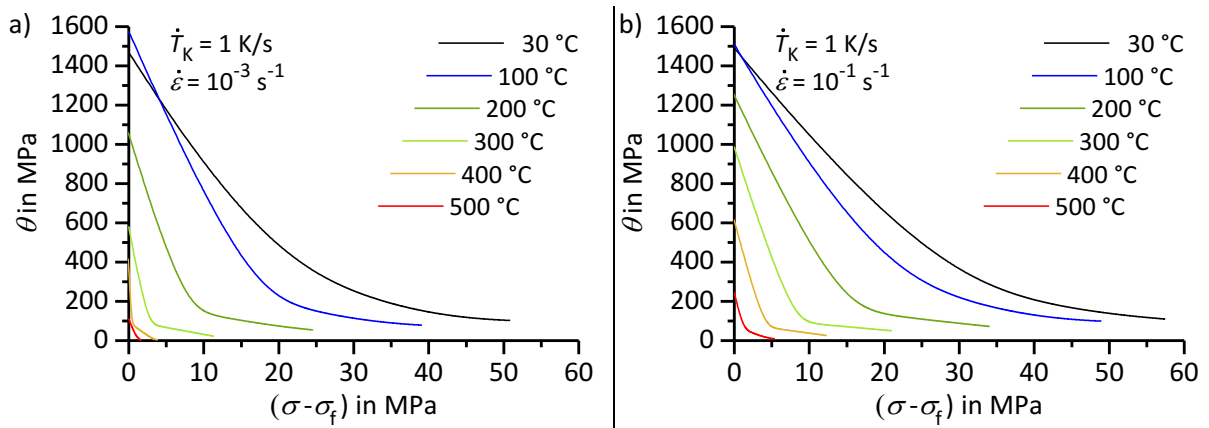


Abbildung 4.2: Kocks-Mecking-Plots von Al4N in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

Der Dehngeschwindigkeitseinfluss auf das Fließverhalten im Temperaturbereich $T_V = 30 - 300\text{ °C}$ geht aus Abbildung 4.3 hervor, in welcher die Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und aus Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) gegenübergestellt sind. Daraus ist ersichtlich, dass eine Verringerung der Dehnrates im gesamten Temperaturbereich einen enormen Einfluss auf die Verformungsverfestigung hat. Bei Verformung mit $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ wird sowohl bei tiefen als auch bei erhöhten Temperaturen ein niedrigeres Spannungsniveau erreicht. Die Abweichungen der maximalen Fließspannungswerte betragen $\Delta\sigma_F = 7 - 10\text{ MPa}$, woraus aufgrund der geringen Festigkeit von Al4N bereits Unterschiede von 10 – 40 % resultieren. Aus den Verläufen der SRJT ist ersichtlich, dass Spannungsabfälle bzw. -anstiege nicht direkt nach Änderung der Dehnrates erfolgen. Vielmehr nähert sich die Fließspannung in einem transienten Bereich den Werten an, welche auch bei Durchführung mit konstanter Dehnrates ermittelt werden. Auffällig ist, dass der Abfall auf das niedrigere Spannungsniveau bei Wechsel auf die langsamere Dehnrates stets zügiger erfolgt als die Annäherung an höhere Spannungswerte, die nach einem Wechsel auf die schnellere Dehnrates zu beobachten ist. Bei erhöhten Temperaturen erstreckt sich der transiente Übergang zudem über einen derart weiten Dehnungsbereich, dass das höhere Spannungsniveau aus dem Versuch mit konstanter Dehnrates nicht erreicht wird, bevor ein erneuter Wechsel auf die langsamere Dehngeschwindigkeit erfolgt.

Die scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ist in Abbildung 4.4 in Abhängigkeit der Dehnung (a, b) und der Verformungstemperatur (c, d) dargestellt. Die stationäre SRS weist dabei stets etwas geringere Werte auf. Dies ist bereits aus den Verläufen der Fließkurven zu erwarten, sofern man die Auswertemethodik berücksichtigt (vgl. Kapitel 3.4). Da die Spannungsdifferenzen für unterschiedliche Dehnrates bei SRJT etwas geringer ausfallen, ergeben sich auch kleinere Werte für den Index m . Die qualitativen Verläufe beider Dehnratesempfindlichkeiten stimmen jedoch gut überein. Für Temperaturen $T_V \leq 300\text{ °C}$ ist die SRS nahezu unabhängig von der Dehnung. Sie steigt von geringen $m \approx 0,02$ bei 30 °C auf deutlich höhere Werte von $m \approx 0,09$ bei 300 °C an. Erst bei noch höheren Umformtemperaturen zeigt sich eine Abhängigkeit von φ . Mit steigendem Dehnungsbetrag nimmt dann auch die SRS etwas zu. Bei einer Umformtemperatur $T_V = 500\text{ °C}$ ergibt sich für die Dehnung $\varphi = 0,20$ eine Dehnratesempfindlichkeit von etwa $m = 0,18$.

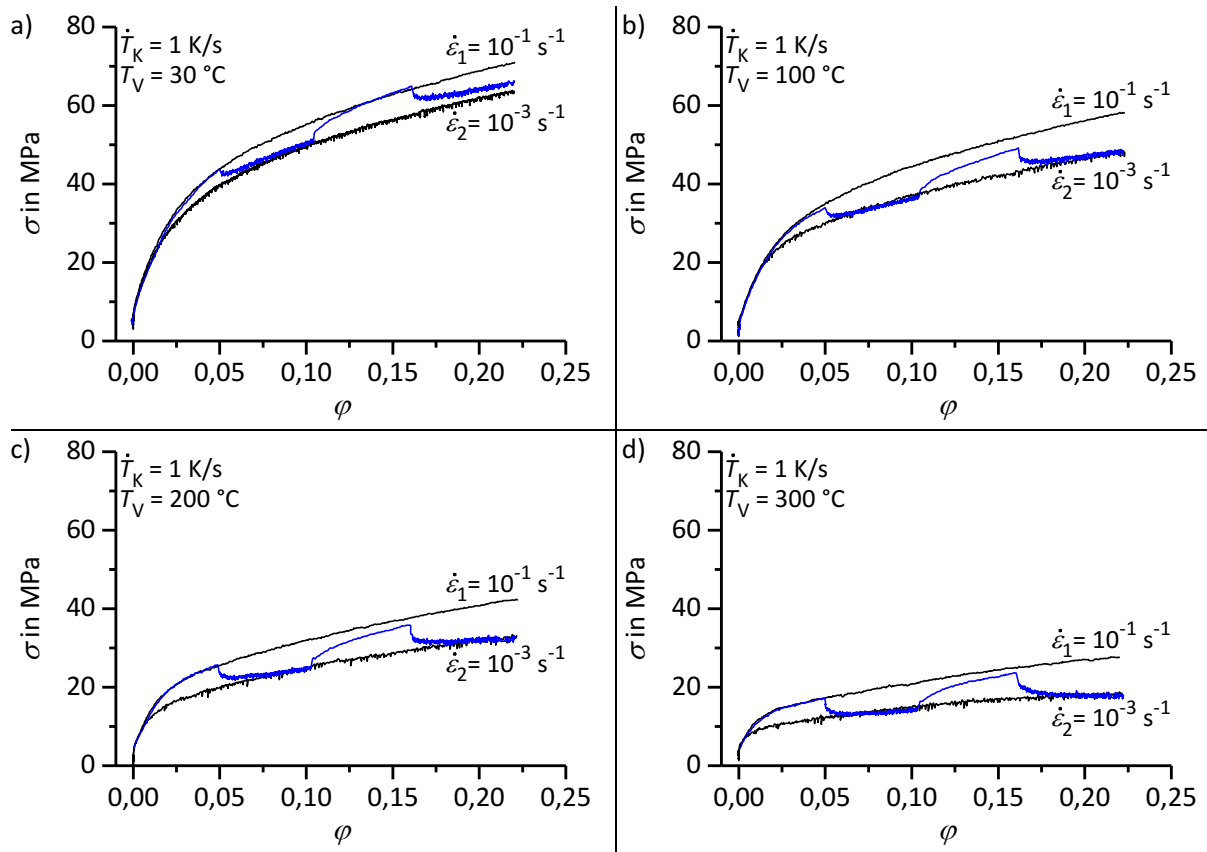


Abbildung 4.3: Spannungs-Dehnungs-Kurven von Al4N aus Versuchen mit konstanter Dehnraten und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

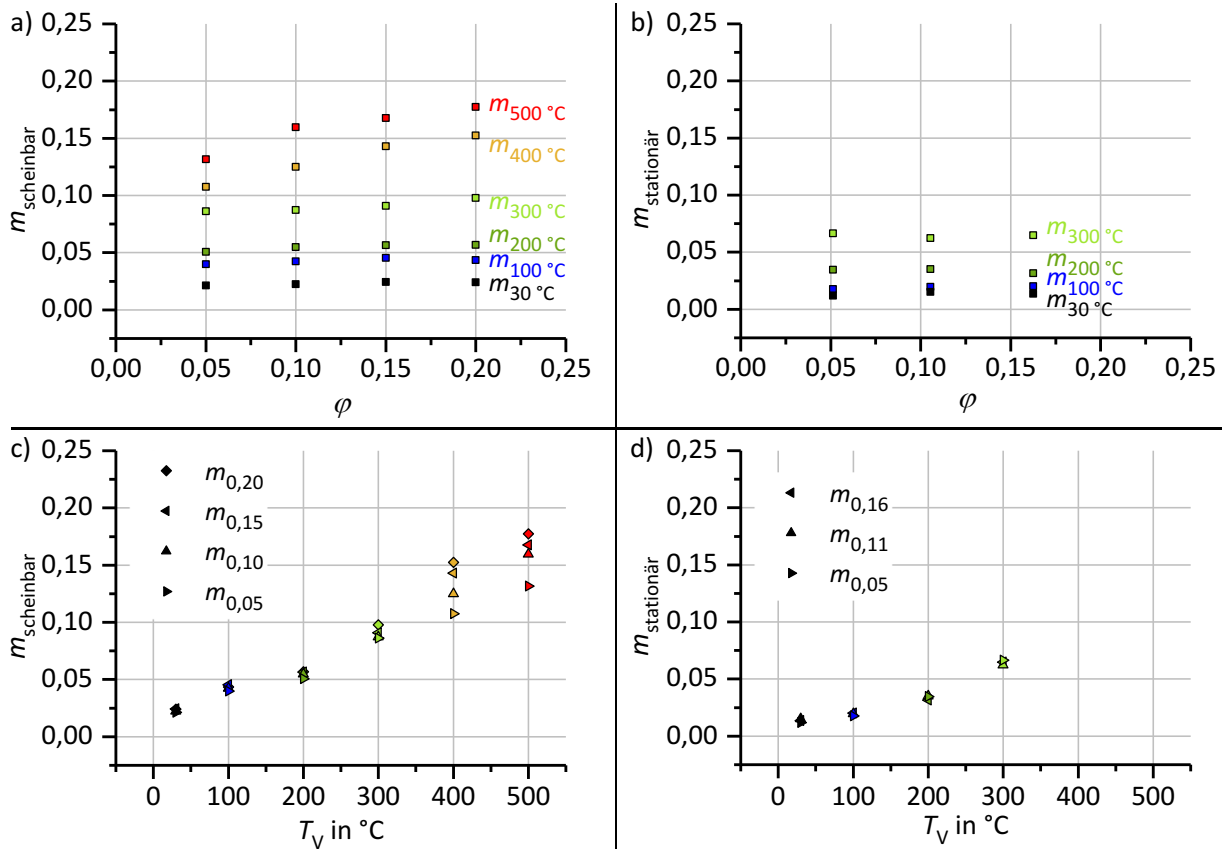


Abbildung 4.4: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von Al4N in Abhängigkeit der Dehnung ϕ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

4.2 Al-Mg-Legierungen

4.2.1 Mikrostrukturentwicklung

Ausscheidungsverhalten basierend auf DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung (in-situ Abkühllexperimente)

Wie aus dem Phasengleichgewichtsdiagramm des binären Legierungssystems Al-Mg hervorgeht, beträgt der lösbare Massenanteil von Mg-Fremdatomen bei RT etwa 1,9 % (vgl. Kapitel 2.1.3). Eine Ausscheidungsbildung ist daher in den Legierungen AlMg_{0,4} und AlMg_{0,8} nicht möglich, sodass keine DSC-Untersuchungen an diesen Werkstoffen durchgeführt worden sind. In der Legierung AlMg₅ wird die Gleichgewichtslöslichkeit bei RT hingegen deutlich überschritten, sodass die grundsätzlichen Voraussetzungen für eine Ausscheidung

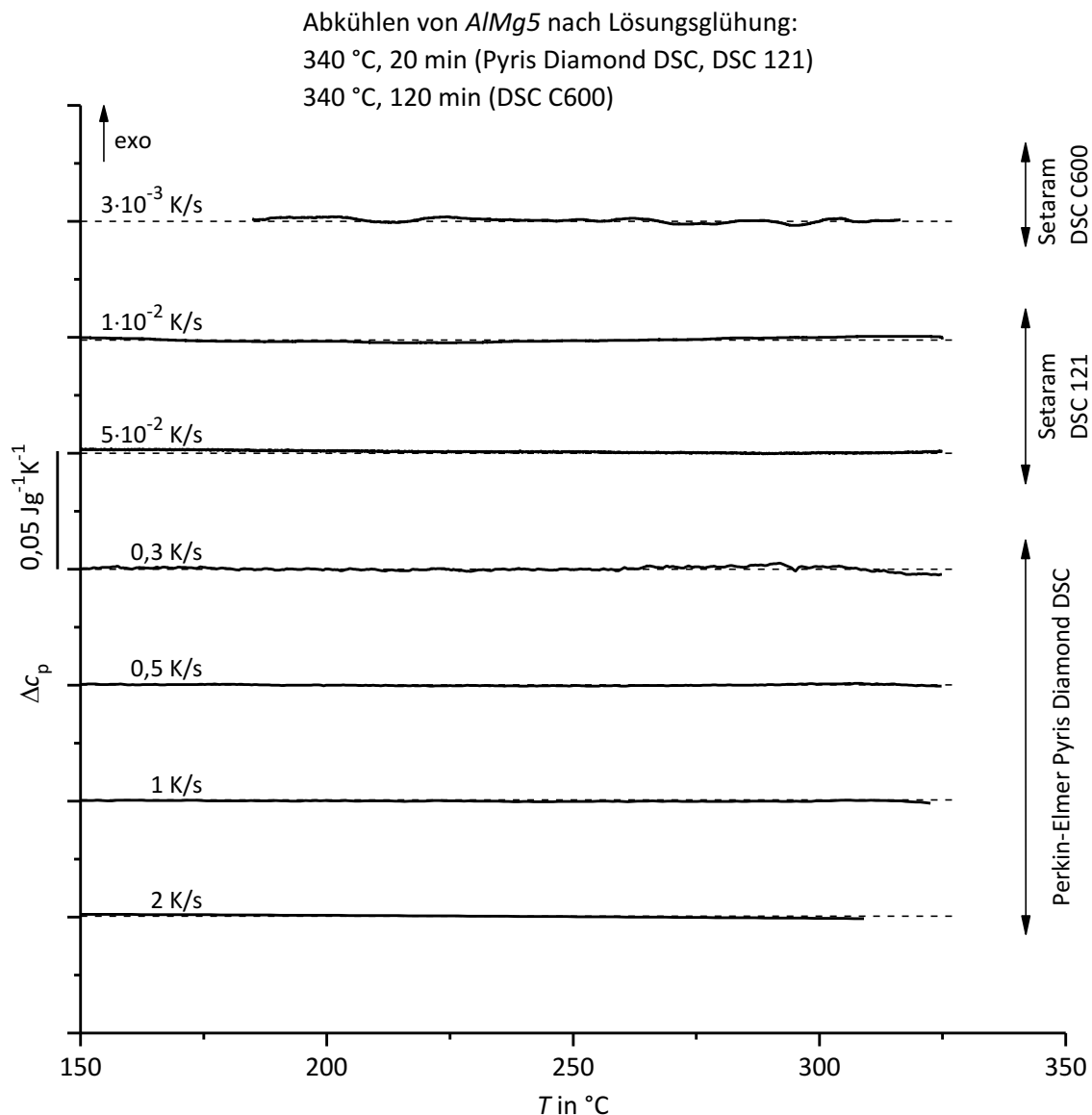


Abbildung 4.5: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlMg₅. Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur.

von Teilchen gegeben sind. Direkte DSC-Untersuchungen wurden an dieser Legierung daher über einen sehr großen Kühlgeschwindigkeitsbereich vorgenommen. Die Übersicht der DSC-Ergebnisse ist in Abbildung 4.5 dargestellt. Das Diagramm zeigt die spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p bei Abkühlung mit unterschiedlichen Raten \dot{T}_K als Funktion der Temperatur. Es wird ersichtlich, dass im gesamten untersuchten Kühlratenbereich keine Phasenumwandlungsreaktionen ablaufen. Selbst bei äußerst langsamer Kühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$ konnten keine exothermen Reaktionen nachgewiesen werden, die auf eine Ausscheidungsbildung hindeuten würden.

Mikrostrukturanalytik

a) Charakterisierung von Ausscheidungen

Da in den niedriglegierten Varianten AlMg0,4 und AlMg0,8 keine Ausscheidungsbildung erfolgen kann und auch in der Legierung AlMg5 selbst bei Abkühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$ keine Ausscheidungsreaktionen nachzuweisen waren, wurde eine Mikrostrukturanalytik im AZ und nach Abkühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-4} \text{ K/s}$ (d. h. eine Größenordnung langsamer als die geringste DSC-Kühlrate) mittels LM durchgeführt. Dadurch können zwei extrem unterschiedliche Wärmebehandlungszustände miteinander verglichen werden. Eine Gegenüberstellung metallografischer Schlitze dieser Zustände zeigt Abbildung 4.6.

Im AZ aller drei binären Legierungen können anhand der LM-Aufnahmen keine Ausscheidungen nachgewiesen werden. Über das Vorliegen von Clustern oder Vorstufenphasen, die sich aufgrund ihrer geringen Größe einer Darstellung im LM entziehen, können keine Aussagen getroffen werden. Mittels DSC konnten jedoch auch bei Erwärmung des Ausgangszustandes ($\dot{T}_E = 10^{-2} \text{ K/s} - 2 \text{ K/s}$) keine endothermen Auflösungsreaktionen beobachtet werden, was dafür spricht, dass sich im AZ aller Legierungen die Mg-Atome tatsächlich vollständig in Lösung befinden. Wie zu erwarten, liegen in den niedriglegierten Werkstoffen auch nach der langsamen Abkühlung keine Ausscheidungspartikel vor. Neben der Al-Matrix können in den LM-Aufnahmen lediglich einige Korngrenzen ausgemacht werden. Korngrenzen zeigen sich ebenfalls bei der Legierung AlMg5. Auf diesen haben sich nach der äußerst langsamen Abkühlung scheinbar vereinzelt globulare Partikel gebildet (Pfeile). Dies deutet darauf hin, dass es erst bei einer hinreichend langsamen Kühlung zu einer Ausscheidungsbildung kommt. Der Volumenanteil der gebildeten Ausscheidungen ist dabei jedoch kaum zu beziffern. Die Erkenntnisse stützen somit die DSC-Ergebnisse, in denen für alle untersuchten Kühlraten keine signifikanten Reaktionen aufgetreten sind.

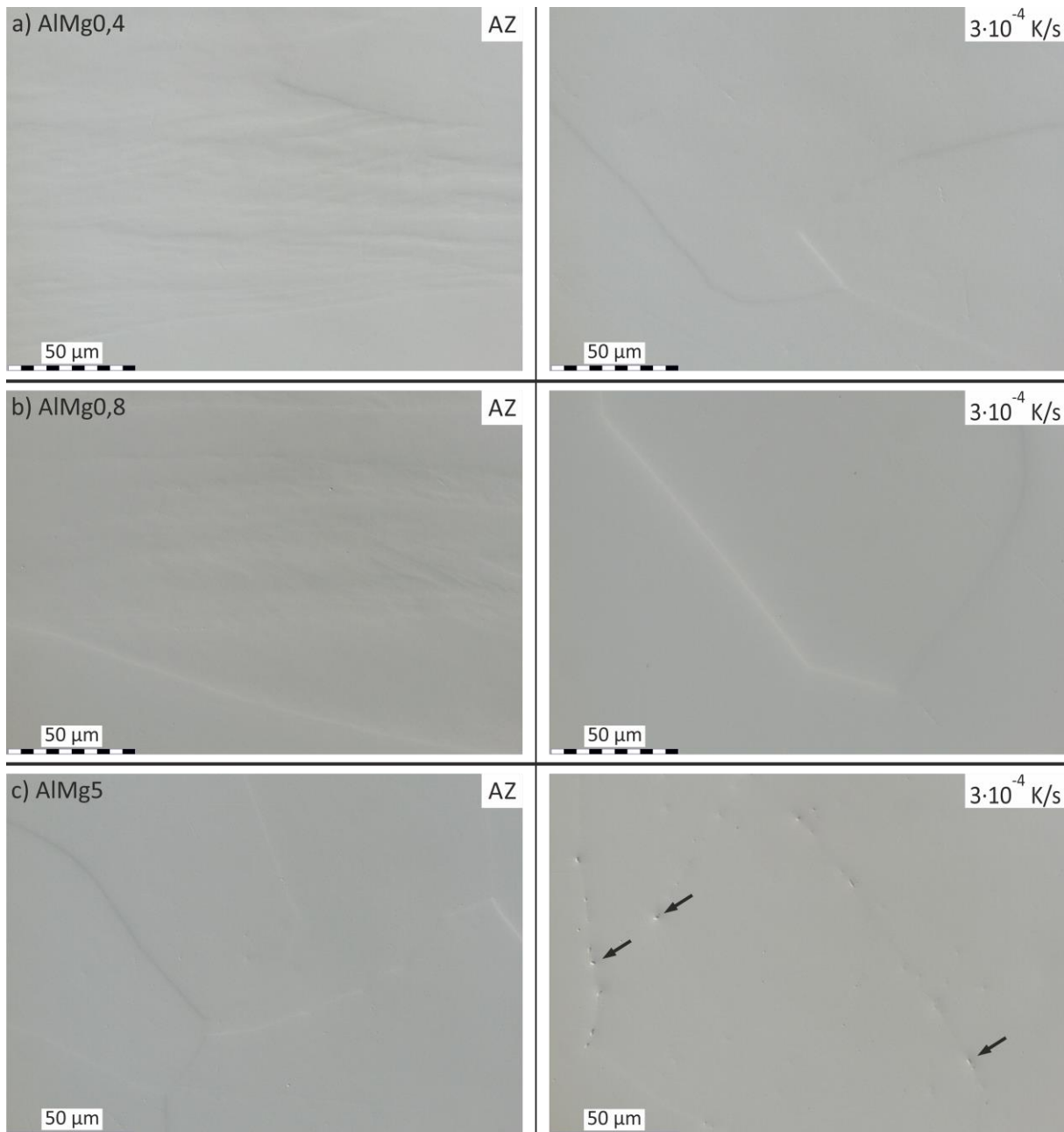


Abbildung 4.6: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in Al-Mg-Legierungen. Die Aufnahmen zeigen die Mikrostruktur im Ausgangszustand (links) und nach Lösungsglühlung mit anschließender Abkühlung ($T_K = 3 \cdot 10^{-4} \text{ K/s}$) auf RT (rechts).

b) Korngrößenentwicklung

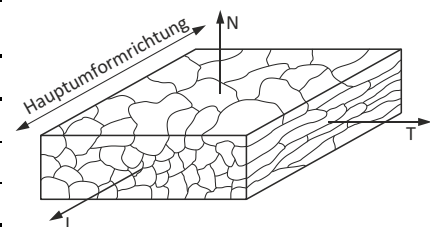
Alle drei Legierungen lagen im AZ als kaltgewalzte Bleche vor. In den niedriglegierten Varianten weisen die Körner in Walzrichtung eine erhebliche Streckung über mehrere mm auf. Eine aussagekräftige Größenangabe zum mittleren Korndurchmesser kann daher nicht gemacht werden. Selbst in der Schlifflage T-N ist eine Ermittlung aufgrund der großen Abmessungen nicht möglich. In der Legierung AlMg5 sind die Korngrößen im Allgemeinen etwas geringer. Auch hier zeigt sich eine Vorzugsorientierung der Körner. Die größten mittleren Korndurchmesser traten im AZ in der Schliffebene L-T auf und liegen bei etwa

620 μm (Tabelle 4.2). In den anderen Schliffebenen weisen die Körner zwar geringere Abmessungen auf, sind jedoch mit einigen 100 μm weiterhin sehr groß.

Die ermittelten Korngrößen für die anderen Wärmebehandlungszustände sind für alle Legierungen ebenfalls in Tabelle 4.2 aufgelistet. Während der Lösungsglühung ist auch in diesen Werkstoffen eine vollständige Rekristallisation erfolgt. In beiden Zuständen (LG-H₂O / LG-KO) waren keine Vorzugsorientierungen mehr erkenntlich. Durch Neubildung des Gefüges während der Wärmebehandlungen nimmt die mittlere Korngröße in allen Schliffebenen erheblich ab. Die resultierende Korngröße scheint dabei vom Mg-Gehalt abzuhängen. Ein zunehmender Mg-Anteil führt zu etwas kleineren Korngrößen. Während sich in der Legierung AlMg0,4 Korngrößen im Bereich von $d_K \approx 120 \mu\text{m}$ (LG-H₂O) bzw. $d_K \approx 200 \mu\text{m}$ (LG-KO) ausbilden, liegen in AlMg5 Körner vor, welche nur etwa halb so große Abmessungen aufweisen. Für alle Legierungen lässt sich feststellen, dass eine Abkühlung im Kammerofen zu etwas größeren Korndurchmessern im Vergleich zu einer Wasserabschreckung führen.

Tabelle 4.2: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Al-Mg-Legierungen für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliffebenen.

mittlerer Korndurchmesser d_K in μm			
AlMg0,4			
Schliffebene	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	-	120	190
L-N (Längsschliff)	-	110	200
L-T (Flachschliff)	-	130	200
AlMg0,8			
Schliffebene	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	-	90	130
L-N (Längsschliff)	-	80	140
L-T (Flachschliff)	-	70	140
AlMg5			
Schliffebene	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	200	50	90
L-N (Längsschliff)	330	60	80
L-T (Flachschliff)	620	60	90



4.2.2 Fließverhalten

In Abbildung 4.7 ist das temperatur- und dehnratenabhängige Fließverhalten der Legierung AlMg0,4 wiedergegeben. Der gesamte Legierungsgehalt von 0,4 ma.% Mg liegt für alle geprüften Zustände in Lösung vor. Die Fließgrenze σ_f beträgt für alle untersuchten Prüfparameter etwa 20 MPa und ist somit deutlich höher als bei Reinaluminium. Eine signifikante Abhängigkeit von der Temperatur oder der Dehnrate auf den Widerstand gegen einsetzende plastische Verformung lässt sich nicht feststellen. Die Verformungsverfestigung wird jedoch

auch bei diesem Werkstoff stark von der Umformtemperatur beeinflusst und nimmt bei hohen Temperaturen deutlich ab. Auffällig ist dabei, dass die ermittelten Fließspannungen bei geringen Dehnungsbeträgen $\varphi \leq 0,05$ im Bereich $T_V = 30 - 100^\circ\text{C}$ kaum beeinflusst werden. Teilweise ergibt sich sogar eine geringe Festigkeitserhöhung bei Anstieg der Verformungstemperatur. Der Abfall der Fließspannungen bei definierten Dehnungsbeträgen erfolgt daher nicht so kontinuierlich, wie es bei Al4N nachzuweisen war. Bei größeren Umformgraden liegen die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei erhöhter Temperatur dann jedoch stets unterhalb jener Kurven, die bei $T_V = 30^\circ\text{C}$ aufgenommen worden sind. Insbesondere bei Verformungstemperaturen $T_V \geq 200^\circ\text{C}$ macht sich auch der Einfluss der Dehngeschwindigkeit stärker bemerkbar. Der Spannungsanstieg bei hoher Dehnrates fällt merklich größer aus als bei niedriger Umformgeschwindigkeit.

Dies ist auf einen Blick auch anhand Abbildung 4.8 ersichtlich, in welcher Kocks-Mecking-Plots für zwei Dehnrates dargestellt sind. Die Verfestigungsrate weist über der Spannungszunahme bei 30°C und 100°C vergleichbare Verläufe auf und auch die maximale Spannungszunahme während der Versuche liegt für beide Dehnrates in einer ähnlichen Größenordnung. Für Temperaturen ab 200°C ist bei Anwendung einer geringen Dehngeschwindigkeit (Abbildung 4.8 a) hingegen ein deutlich steilerer Abfall der Verfestigungsrate auszumachen. Mit $\theta_0 \approx 1500\text{ MPa}$ ist die Verfestigungsrate zu Beginn der Umformung im Temperaturbereich von $T_V = 30 - 200^\circ\text{C}$ sehr ähnlich. Geringe Unterschiede für θ_0 könnten aus der Auswertung der Messdaten resultieren (Kapitel 3.4). Insbesondere eine genaue Festlegung der Fließgrenzen gestaltet sich schwierig, da aufgrund der geringen Festigkeiten keine ausgeprägten linear-elastischen Bereiche auftreten. Bereits kleine Abweichungen der Fließgrenze können jedoch Auswirkungen auf das ermittelte Verfestigungsverhalten haben, da die Steigung der Fließkurven ($\theta = d\sigma_F/d\varphi$) im Bereich kleiner Dehnungen besonders starke Gradienten aufweist. Aufgrund des Übergangsbereichs von elastischer zu elastisch-plastischer Verformung liegen die tatsächlichen Verfestigungsrates mit $\theta \approx 2000\text{ MPa}$ etwas höher als θ_0 .

Im Gegensatz zu Al4N folgt die Reduzierung von θ somit nicht für alle Umformbedingungen direkt einem linearen Zusammenhang zur Spannungszunahme. Insbesondere bei tiefen Temperaturen ergibt sich ein Anfangsbereich, in welchem zunächst eine sehr große Abnahme der Verfestigungsrate erfolgt. Erst im Anschluss an diesen Bereich zeigt sich ein linearer Abfall von θ . Bei großen Spannungen zeigt sich auch für AlMg0,4 eine erneute Abweichung zur linearen Beziehung. Eine Sättigungsspannung wird durch die verringerte Abnahme der Verfestigungsrate im Allgemeinen nicht erreicht. Lediglich bei einer Temperatur von $T_V = 300^\circ\text{C}$ scheint bei Verformung mit geringer Dehnrates keine Spannungszunahme mehr zu erfolgen.

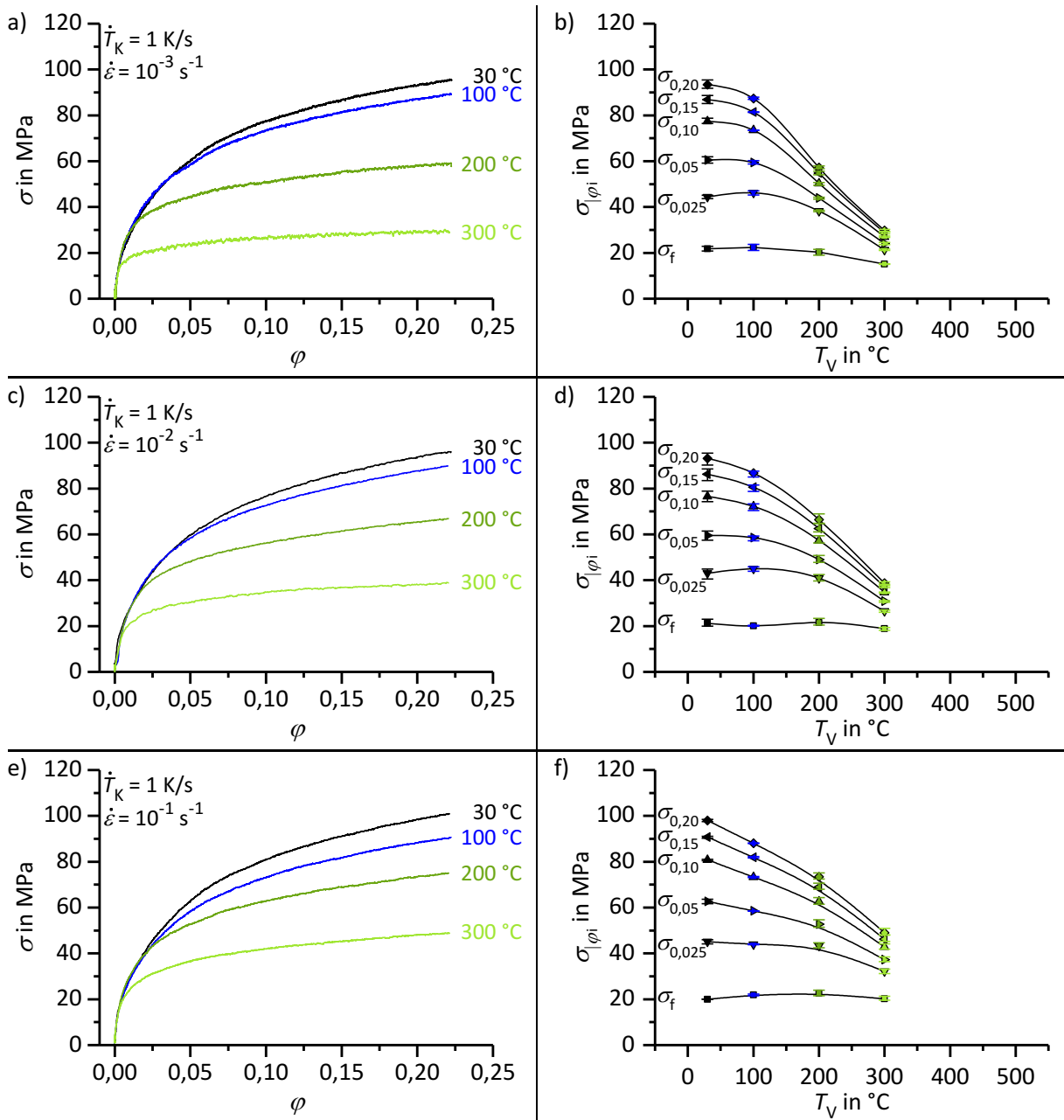


Abbildung 4.7: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i}$ (b, d, f) von AlMg_{0,4} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

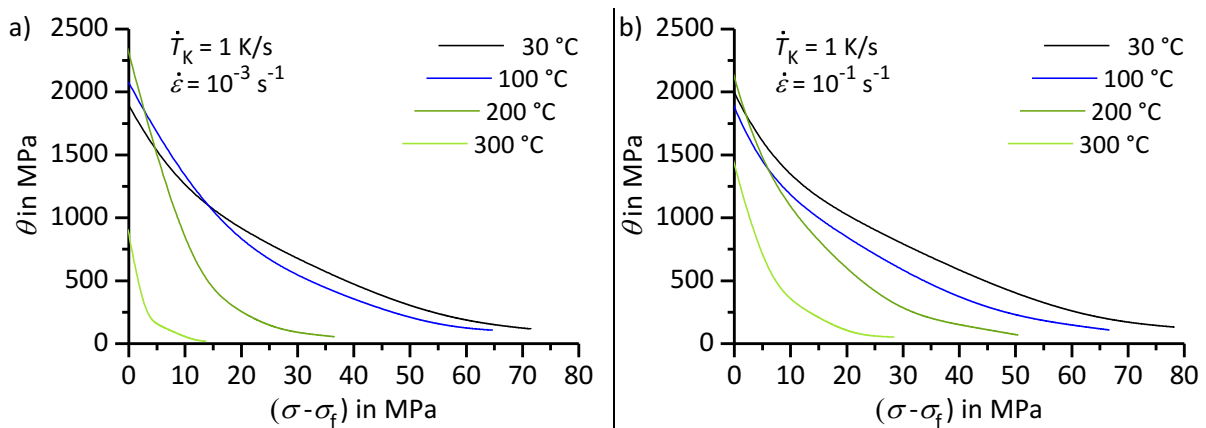


Abbildung 4.8: Kocks-Mecking-Plots von AlMg_{0,4} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

Einen direkten Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven bei unterschiedlicher Dehnrates zeigen die Diagramme a – d in Abbildung 4.9. Für Verformungstemperaturen von 30 °C (a) und 100 °C (b) sind nahezu keine nennenswerten Unterschiede in den Verläufen zu erkennen. Erst bei größeren Dehnungsbeträgen ergeben sich minimale Abweichungen, sodass die maximal erreichten Spannungen für beide Dehnrates letztlich um wenige MPa voneinander abweichen. Dieses Festigkeitsverhalten zeigte sich sowohl bei Versuchsdurchführung mit durchgehend konstanter Dehnrates als auch bei den SRJT. Eine weitere Erhöhung der Temperatur (c, d) wirkt sich merklich auf die Verformungsverfestigung aus, wie bereits aus den Kocks-Mecking-Plots hervorging. Dadurch ergeben sich fast über den gesamten Dehnungsbereich größere Abweichungen zwischen den Fließkurven bei unterschiedlicher Dehnrates. Erfolgt ein Wechsel der Dehngeschwindigkeit während des Stauchversuchs, so gleicht sich die Fließspannung nicht unmittelbar an das neue Niveau an. Wie bereits bei Al4N beobachtet, ergibt sich ein transienter Übergangsbereich, der sich beim Wechsel auf die höhere Dehnrates zudem über ein größeres Dehnungsintervall erstreckt. Bei Absenkung der Dehnrates auf $\dot{\epsilon}_2 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ergibt sich stets eine identische Fließspannung wie bei Durchführung des gesamten Versuchs mit dieser Dehngeschwindigkeit. Bei erneuter Erhöhung der Umformgeschwindigkeit auf $\dot{\epsilon}_1 = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ wird das Spannungsniveau des Versuchs mit konstanter Dehnrates hingegen nicht wieder erreicht.

Die experimentell bestimmte Dehnratesabhängigkeit wird durch die angegebenen Werte in Abbildung 4.10 quantifiziert. Die Unterschiede zwischen scheinbarer und stationärer SRS sind gering und beruhen auf der angesprochenen Tatsache, dass die Fließspannungsdifferenzen bei SRJT etwas kleiner ausfallen. Anhand der Verläufe der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit wird deutlich, dass der Dehnungsbetrag, welcher für die Berechnung der SRS herangezogen wird, bei dieser Legierung keinen Einfluss hat (a, b). Die Verformungstemperatur spielt hingegen eine große Rolle (c, d). Während bei Al4N bereits bei $T_V = 30 \text{ °C}$ eine positive SRS nachgewiesen werden konnte, die mit Erhöhung der Temperatur kontinuierlich ansteigt, ist die Legierung AlMg0,4 bis $T_V = 100 \text{ °C}$ dehnratesunempfindlich. Bei Erhöhung der Umformtemperatur auf $T_V \geq 200 \text{ °C}$ ist dann jedoch eine sehr deutliche Abhängigkeit der Fließspannung von der Dehnrates zu erkennen. Bei $T_V = 300 \text{ °C}$ ergibt sich bereits eine SRS von $m \approx 0,10$, welche nahezu identisch mit der Dehnratesempfindlichkeit von Reinaluminium in diesem Temperaturbereich ist.

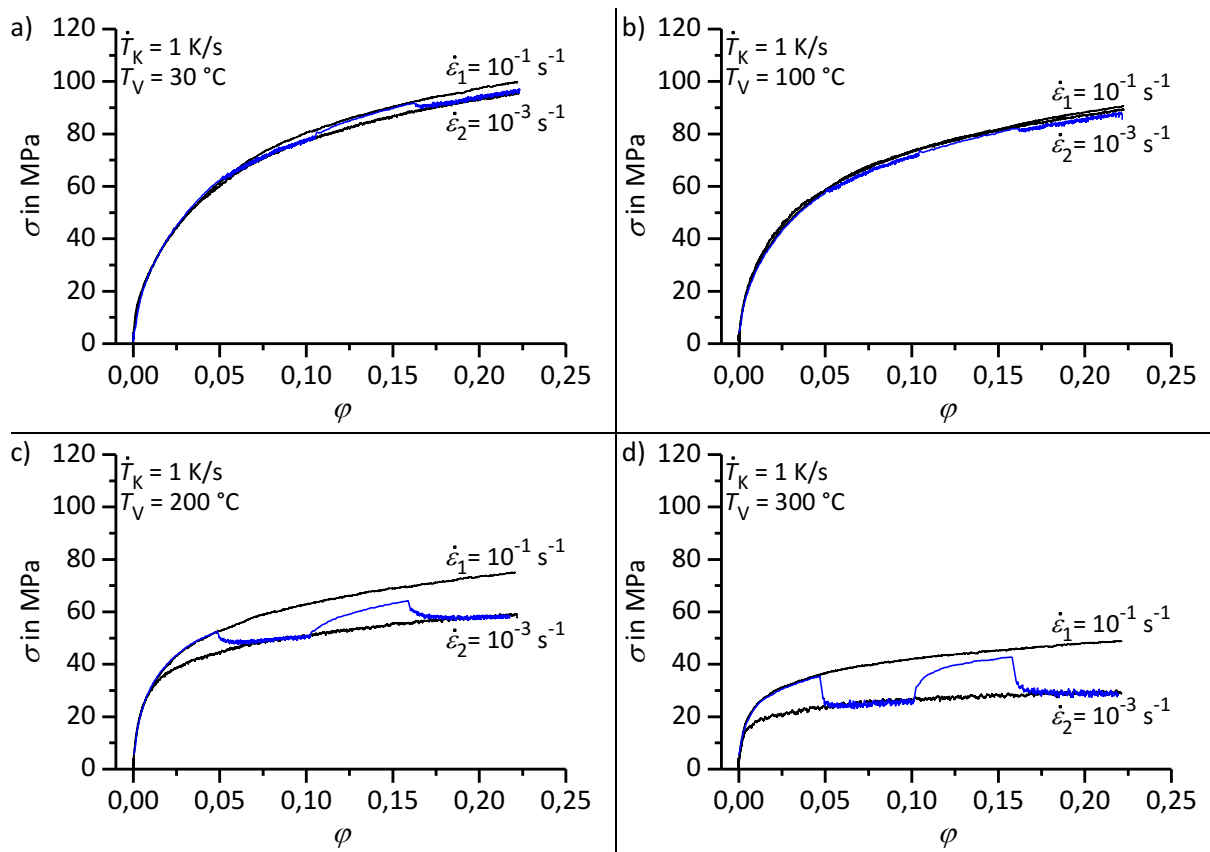


Abbildung 4.9: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg_{0,4} aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnrateswechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

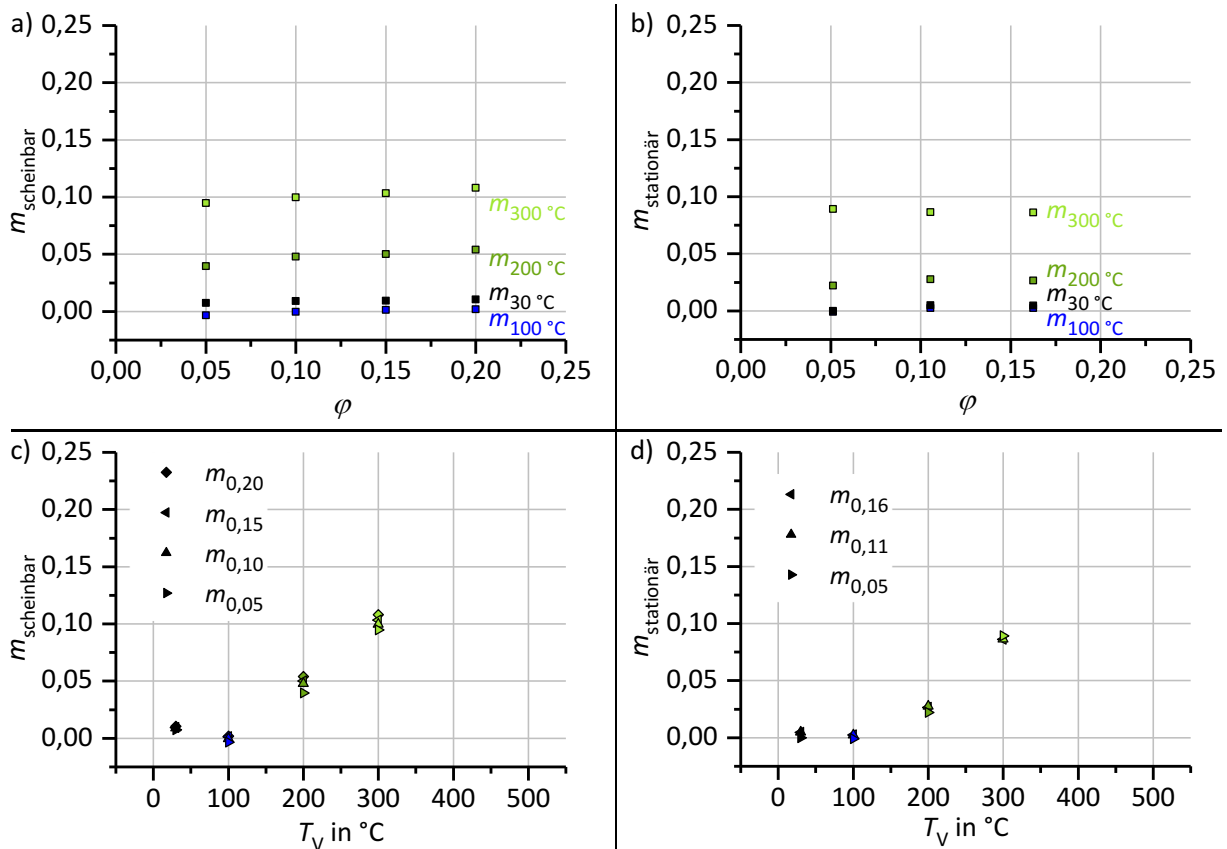


Abbildung 4.10: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg_{0,4} in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

Die beschriebenen Abhängigkeiten des Fließverhaltens finden sich auch in den Ergebnissen der Legierung AlMg0,8 wieder. Die qualitativen Fließkurvenverläufe weisen eine sehr ähnliche Charakteristik auf (Abbildung 4.11 (a, c, e)). Für eine festgelegte Dehnrates verringert sich die Fließspannung mit ansteigender Temperatur. Lediglich für Spannungswerte bei sehr geringen Dehnungsbeträgen, insbesondere für die Fließgrenze σ_f , kann bei etwas erhöhten Temperaturen ein leichter Anstieg festgestellt werden. Für größere Dehnungsbeträge ergibt sich eine besonders starke Reduzierung der Festigkeit bei Umformtemperaturen von $T_V \geq 100$ °C. Die Verformungsverfestigung verringert sich demnach erheblich. Im Vergleich zu Al4N und AlMg0,4 liegen die Fließspannungswerte auf einem höheren Niveau. Für σ_f konnten Beträge von 25 – 34 MPa ermittelt werden. Die Fließspannung $\sigma_{0,20}$ bei einer Dehnung von $\varphi = 0,20$ steigt sogar auf etwa 120 MPa bei $T_V = 30$ °C und auf immerhin 65 MPa bei $T_V = 300$ °C. Bei geringerer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ werden zwar nur noch $\sigma_{0,20} \approx 39$ MPa erreicht, die Festigkeit von AlMg0,4 in diesem Zustand wird dennoch um etwa $\Delta\sigma_F = 10$ MPa übertroffen. Die qualitativ ähnliche Verformungsverfestigung von AlMg0,4 und AlMg0,8 lässt sich auch anhand eines Vergleiches der Kocks-Mecking-Plots (Abbildung 4.8 bzw. Abbildung 4.12) erkennen. Zwar zeigt die Legierung AlMg0,8 für alle Umformtemperaturen eine höhere anfängliche Verfestigungsrate θ und über den gesamten Versuch eine größere Spannungszunahme. Die charakteristischen Kurvenverläufe und Temperaturabhängigkeiten weisen jedoch für beide Werkstoffe sehr große Ähnlichkeiten auf.

Insbesondere das vergleichbare temperatur- und dehnratenabhängige Fließverhalten wird durch Abbildung 4.13 nochmals unterstrichen. Die Ergebnisse der SRJT sind dort den Ergebnissen gegenübergestellt, welche sich aus Versuchen mit durchgehend konstanten Dehngeschwindigkeiten ergeben. Für Umformtemperaturen $T_V \leq 100$ °C (a, b) zeigt AlMg0,8 keine Dehnratesabhängigkeit. Selbst bei dem untersuchten Dehnratesverhältnis von 1:100 weist die Legierung in diesem Temperaturbereich nahezu identische Spannungs-Dehnungs-Verläufe auf. Wie bereits bei AlMg0,4 festgestellt wurde, sind eindeutige Unterschiede im Fließverhalten erst bei Temperaturen ab $T_V = 200$ °C festzustellen.

Sowohl für die scheinbare als auch für die stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ergeben sich bei $T_V \leq 100$ °C daher Werte von $m \approx 0$ (Abbildung 4.14). Bei geringen Dehnungen sind sogar Anzeichen einer negativen SRS erkennbar. Aufgrund der sehr geringen Fließspannungsunterschiede, die zudem im Bereich der Messunsicherheit liegen, kann dazu jedoch keine eindeutige Aussage getroffen werden. Eindeutig ist hingegen der Anstieg der SRS bei weiterer Temperaturerhöhung (c, d). Die SRS liegt dabei in einer ähnlichen Größenordnung wie die Dehnratesempfindlichkeit der Legierung AlMg0,4. Eine Abhängigkeit der SRS von der Dehnung zeigte sich nicht.

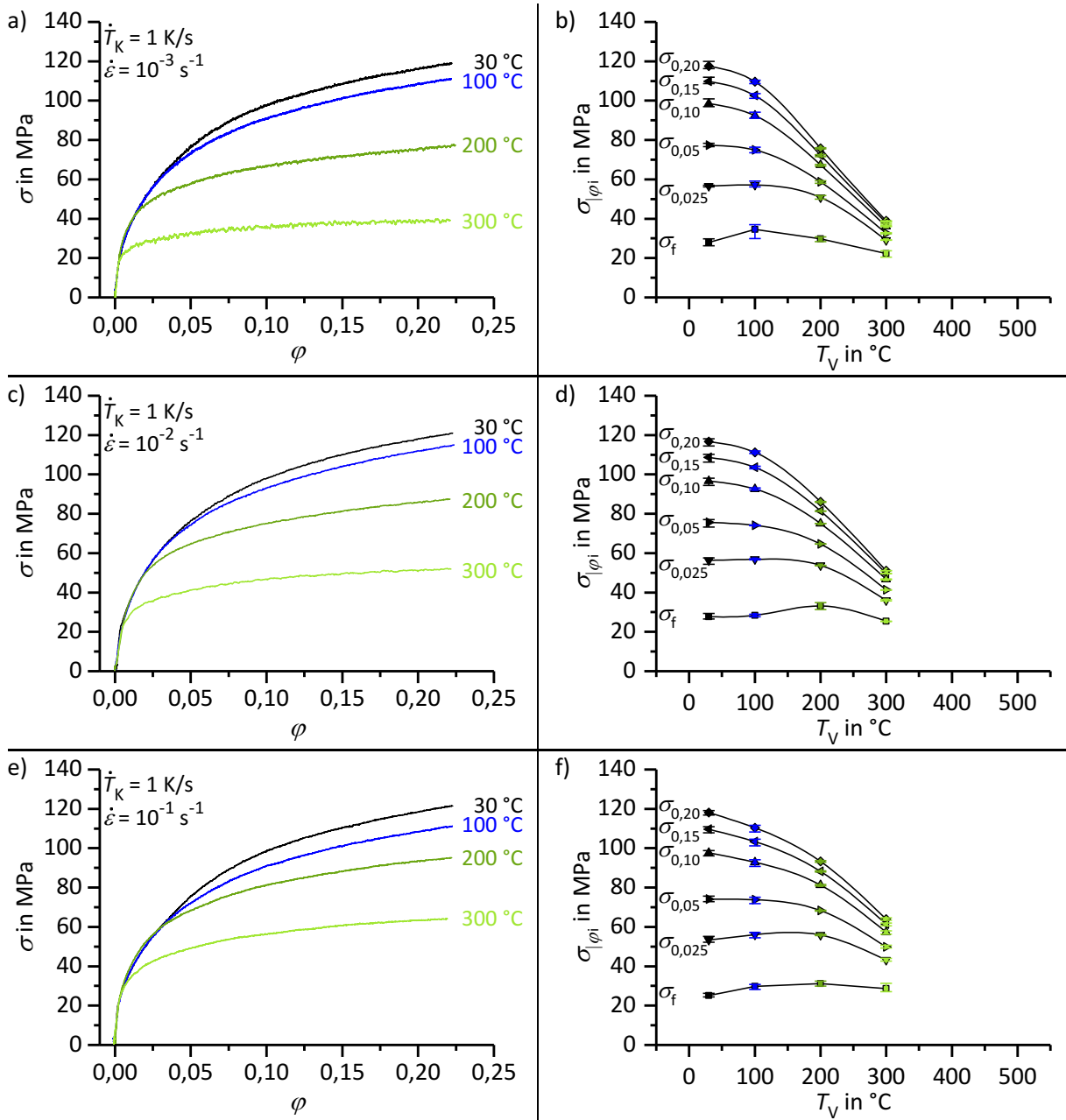


Abbildung 4.11: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i}$ (b, d, f) von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

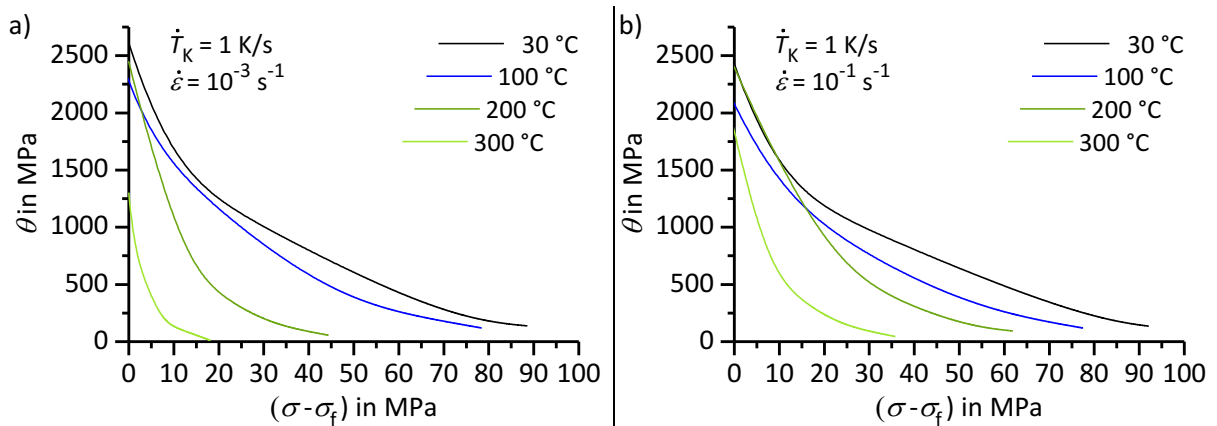


Abbildung 4.12: Kocks-Mecking-Plots von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

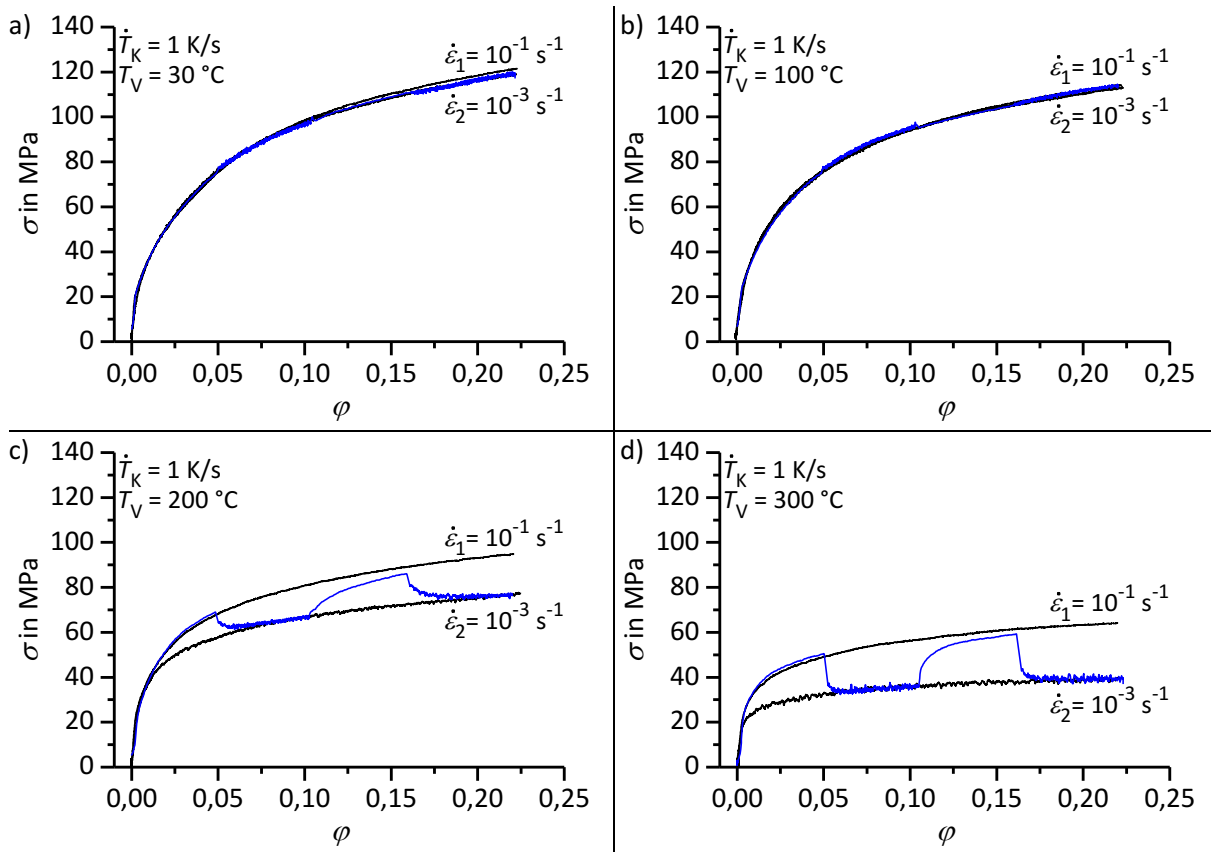


Abbildung 4.13: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg0,8 aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnrateswechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

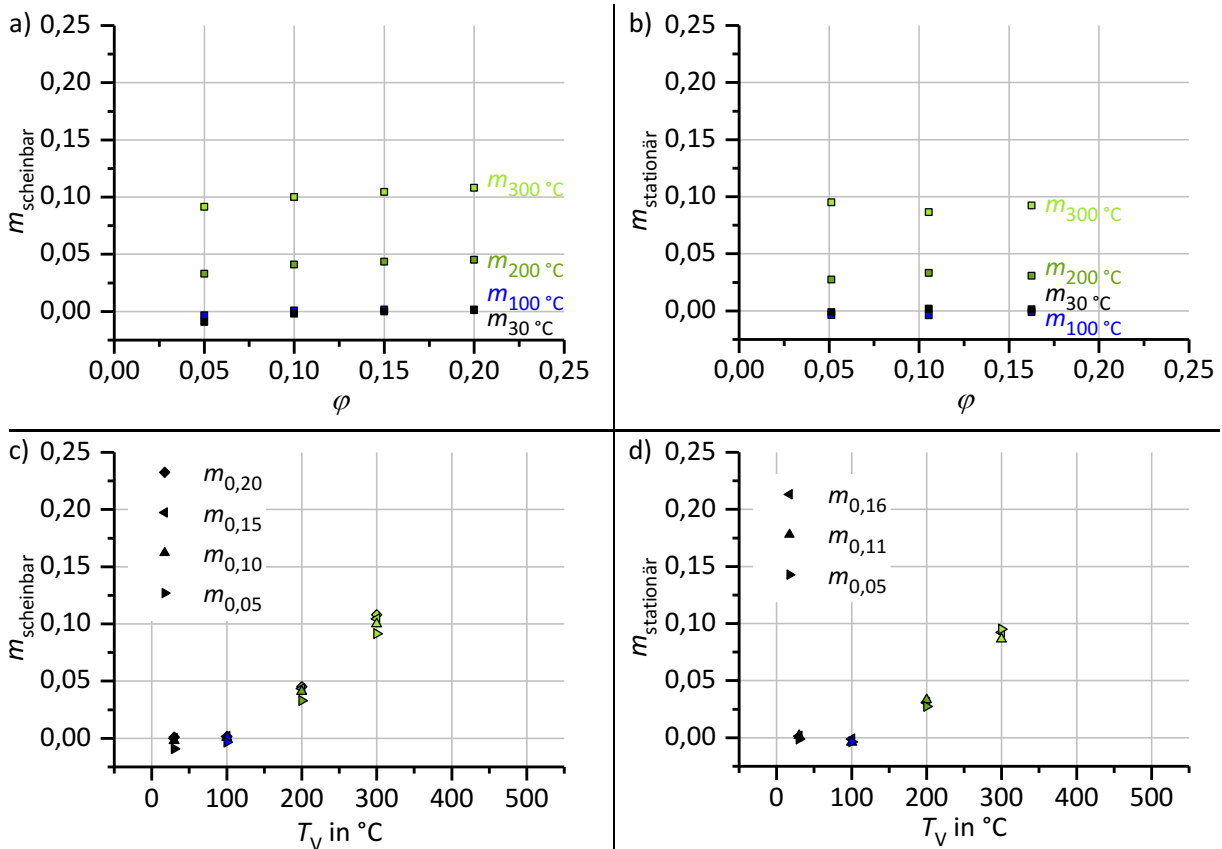


Abbildung 4.14: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Dehnung ϕ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

Der enorme Einfluss gelöster Mg-Atome auf das Festigkeits- und Fließverhalten geht unverkennbar aus den Spannungs-Dehnungs-Kurven der Legierung AlMg5 hervor, die in Abbildung 4.16 zusammenfassend dargestellt sind. Wie in Kapitel 4.2.1 gezeigt wurde, ist die angewendete Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$ größer als die kritische Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_{krit} dieser Legierung. Da die Lösungsglühung zudem im Einphasengebiet des α -MK durchgeführt worden ist ($T_{\text{LG}} = 340 \text{ °C}$), sollte der gesamte Massenanteil an Mg in Lösung vorliegen. Die Fließgrenze der Legierung liegt mit Werten von $\sigma_f \approx 100 \text{ MPa}$ wesentlich höher als bei den niedriglegierten Werkstoffen. Bei hohen Umformtemperaturen ist ein leichter Abfall der Fließgrenze festzustellen.

Während der plastischen Verformung kommt es bei allen Prüfbedingungen zu einem weiteren Anstieg der Fließspannung. Die Verformungsverfestigung ist erneut abhängig von der Temperatur (Abbildung 4.16 (b, d, f)). Während für alle Dehnraten bei Umformtemperaturen von 30 °C bzw. 100 °C maximale Spannungen von etwa 300 MPa erreicht werden, kommt es bei Temperaturen $T_V \geq 200 \text{ °C}$ zu deutlich geringeren Fließspannungszunahmen. Insbesondere bei diesen hohen Temperaturen spielt auch die Dehnrade eine entscheidende Rolle. Die Verfestigung fällt bei hohen Temperaturen deutlich kleiner aus, sofern mit geringer Dehnrade umgeformt wird.

Für fast alle Prüfbedingungen ist auch bei dieser Legierung ein kontinuierlicher Übergang vom elastischen in den elastisch-plastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve erkennbar. Lediglich bei einer Dehnrade von $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ bildet sich bei tiefen Temperaturen ($T_V \leq 100 \text{ °C}$) ein Streckgrenzeneffekt aus. Verdeutlicht ist dieser Effekt für die Spannungs-Dehnungs-Kurve bei 30 °C in Abbildung 4.15 a dargestellt. Bei dieser Umformtemperatur ($T_V = 30 \text{ °C}$) setzen ab einer kritischen Dehnung von etwa $\varphi = 0,02$ zusätzlich dynamische Reckalterungserscheinungen ein. Ab Verformungstemperaturen von 200 °C treten keine Fließfiguren mehr auf (Abbildung 4.15 b).

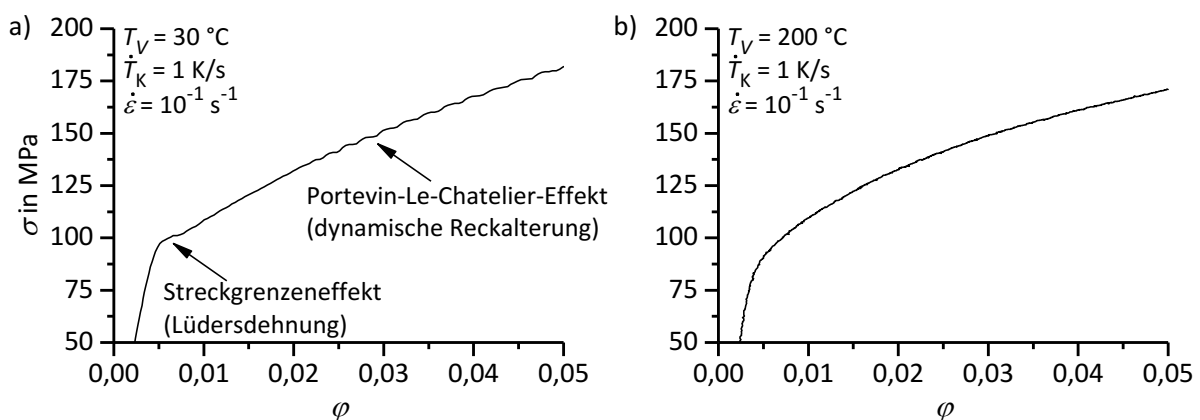


Abbildung 4.15: Einfluss der Umformtemperatur auf Fließfiguren (Streckgrenzeneffekt und PLC-Effekt) in der Legierung AlMg5.

- a) $T_V = 30 \text{ °C}$
- b) $T_V = 200 \text{ °C}$

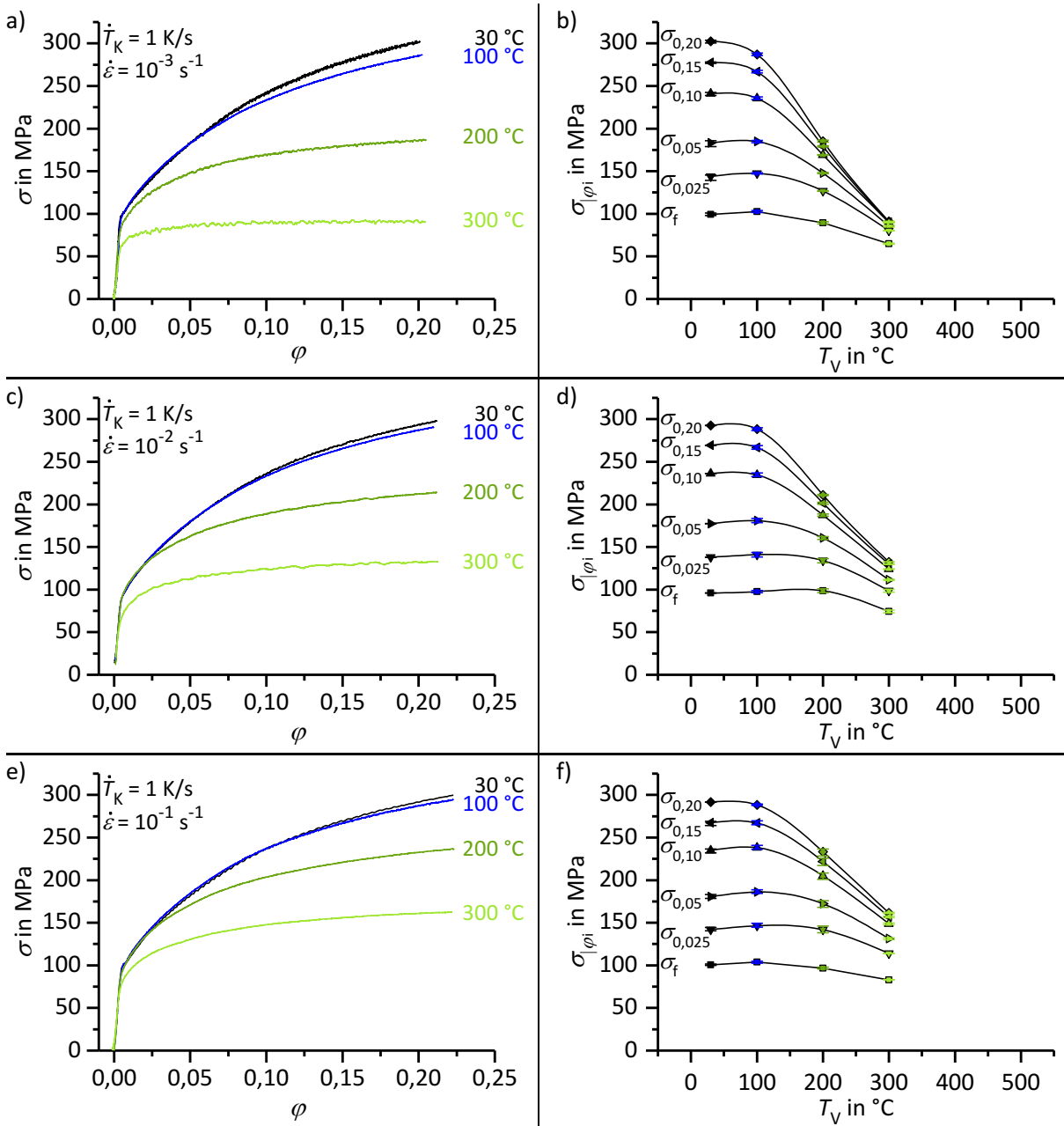


Abbildung 4.16: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i}$ (b, d, f) von AlMg5 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

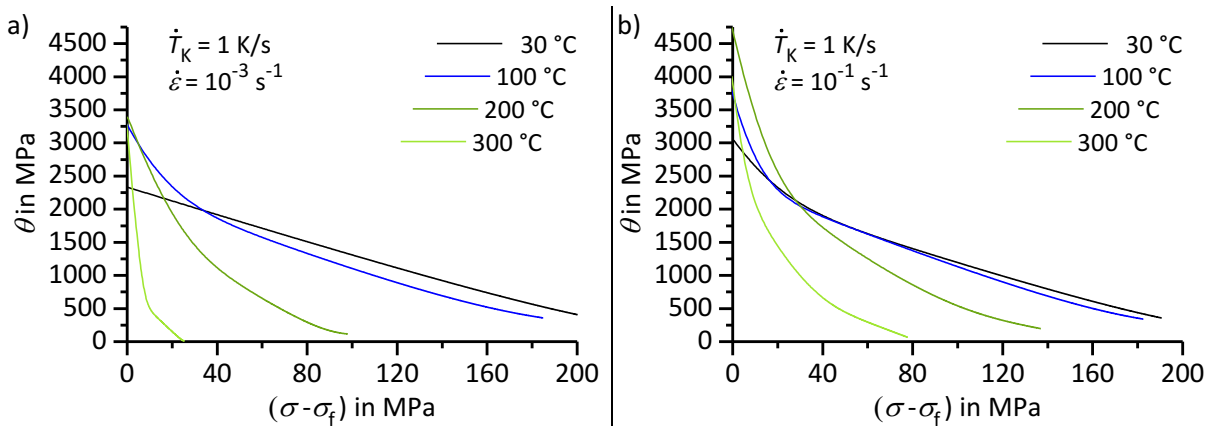


Abbildung 4.17: Kocks-Mecking-Plots von AlMg5 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

Die geringere Verfestigungswirkung kommt auch in den Kocks-Mecking-Plots (Abbildung 4.17) zum Ausdruck. Bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (a) fallen die Kurven bei erhöhten Temperaturen deutlich steiler ab, als bei einer größeren Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (b). Auch die maximale Spannungszunahme fällt dadurch erheblich geringer aus. Im Vergleich zu den niedriglegierten Al-Mg-Legierungen liegen die Verfestigungsrates jedoch durchgängig auf einem höheren Niveau. Bei tiefen Temperaturen beträgt die anfängliche Verfestigungsrates $\theta_0 \approx 2500 \text{ MPa}$. Ein Temperaturanstieg hat scheinbar Auswirkungen auf den Fließbeginn und führt zu tatsächlichen Verfestigungsrates, die deutlich über diesem Wert liegen. An den anfänglich nichtlinearen Bereich mit schnellem Abfall der Verfestigungsrates schließt sich stets ein linearer Bereich an, in welchem θ mit konstantem Wert abnimmt. Im Gegensatz zu AlMg0,4 und AlMg0,8 tritt eine erneute Abweichung dieser Linearität bei großen Spannungen nur bei hohen Verformungstemperaturen auf. Dort wird scheinbar auch eine Sättigungsspannung erreicht, sodass die Verfestigungsrates auf $\theta = 0$ abfällt. Eine weitere Verformung geht dann mit keiner zusätzlichen Spannungszunahme einher.

Versuche mit unterschiedlicher Dehnrates offenbaren bei einer Verformungstemperatur von $T_V = 30 \text{ °C}$ eine gering ausgeprägte negative Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit. Dies geht sowohl aus Versuchen mit konstanter Dehnrates als auch aus SRJT hervor, wie Abbildung 4.18 a zeigt. Insbesondere bei hohen Dehnungsbeträgen ist bei Umformung mit langsamer Dehnrates eine größere Fließspannung erforderlich als bei Verformung mit hoher Rates. Ein Temperaturanstieg auf 100 °C (b) führt zu einem vollständig unempfindlichen Fließverhalten. Es lassen sich bei Umformung mit verschiedener Dehnrates somit keine Unterschiede in den Spannungs-Dehnungs-Kurven feststellen. Sowohl die Fließgrenze als auch das Verfestigungsverhalten bleiben von einer Änderung der Dehngeschwindigkeit unbeeinflusst. Bei Umformtemperaturen von $T_V \geq 200 \text{ °C}$ (c, d) zeigt sich dann das erwartete Verhalten. Eine Verringerung der Dehnrates führt zu einer Abnahme der Verfestigung, woraus letztlich Fließspannungsdifferenzen entstehen. Die Spannungsdifferenzen fallen bei beiden Versuchsvarianten ähnlich aus. Bei SRJT zeigt sich jedoch erneut ein transients Übergangsbereich, der sich direkt an den Moment des Dehnrateswechsels anschließt.

Die absoluten Fließspannungsdifferenzen weisen deutlich größere Werte auf, als bei den niedriglegierten Al-Mg-Legierungen. Bei großen Dehnungen ergeben sich für eine Temperatur von $T_V = 200 \text{ °C}$ mit den angewendeten Dehnrates Spannungsunterschiede von $\Delta\sigma_{0,20} \approx 45 \text{ MPa}$. Die durch Dehnratesvariation hervorgerufene Fließspannungsabweichung ist somit etwa zweimal größer als bei AlMg0,4 und AlMg0,8. Für eine Umformtemperatur von $T_V = 300 \text{ °C}$ erhöht sich der Spannungsunterschied sogar auf $\Delta\sigma_{0,20} \approx 70 \text{ MPa}$. Trotz der deutlich größeren Spannungsdifferenzen ergeben sich sehr ähnliche Dehnratesempfindlichkeiten m wie bei den anderen Al-Mg-Legierungen (Abbildung 4.19). Dies ist damit zu erklären, dass das Festigkeitsniveau des Werkstoffes bei der Bestimmung der logarithmischen SRS berücksichtigt wird. Die SRS ist nahezu unabhängig vom Dehnungsbetrag. Lediglich bei hohen Umformtemperaturen ist eine schwache Zunahme der SRS mit der Dehnung zu

erkennen. Wie bereits erwähnt, ist das Fließverhalten bei tiefen Temperaturen fast vollständig Dehnratenunabhängig. Erst bei einer Temperatur $T_V = 200\text{ °C}$ ergibt sich ein signifikanter Anstieg der SRS auf etwa $m = 0,04$. Bei $T_V = 300\text{ °C}$ liegt die SRS etwas oberhalb von 0,10 und somit geringfügig höher als bei niedriglegierten Varianten mit Massenanteilen von 0,4 % Mg bzw. 0,8 % Mg in Lösung.

Obwohl weder mittels DSC noch durch Mikrostrukturuntersuchungen signifikante Ausscheidungsreaktionen nachgewiesen werden konnten, wurde der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf das Festigkeits- und Fließverhalten untersucht. Proben wurden dazu mit um eine Größenordnung langsamerer Rate ($\dot{T}_K = 0,1\text{ K/s}$) auf die Verformungstemperaturen gekühlt. Wie Abbildung 4.20 zeigt, sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven ($\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$) im gesamten untersuchten Temperaturbereich unempfindlich gegenüber der Abkühlgeschwindigkeit. Für beide Kühlraten wurden nahezu identische Fließkurven aufgenommen. Bei tiefen Temperaturen (a, b) treten erneut Fließfiguren (Streckgrenzeneffekt und PLC-Effekt) auf. Dieses Ergebnis unterstützt die in Kapitel 4.2.1 getroffene Aussage, dass identische mikrostrukturelle Zustände vorliegen und für beide Kühlraten $\dot{T}_K > \dot{T}_{\text{krit}}$ gilt.

In Abbildung 4.6 wurde gezeigt, dass erst bei einer äußerst langsamen Abkühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-4}\text{ K/s}$ in der Legierung AlMg5 Ausscheidungen gebildet werden. Die einsetzende Entmischung des α -MK hat ebenfalls Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften. Wird dieser Zustand bei tiefen Temperaturen ($T_V = 30\text{ °C}$) mittels Stauchversuch geprüft, ergibt sich eine um mehr als 10 MPa niedrigere Fließgrenze σ_f als bei überkritischer Kühlung (Abbildung 4.20 a). Auch die Verformungsverfestigung fällt geringer aus, sodass bei weiterer Umformung geringere Fließspannungen erforderlich sind. Reckalterungserscheinungen sind jedoch noch immer nachweisbar.

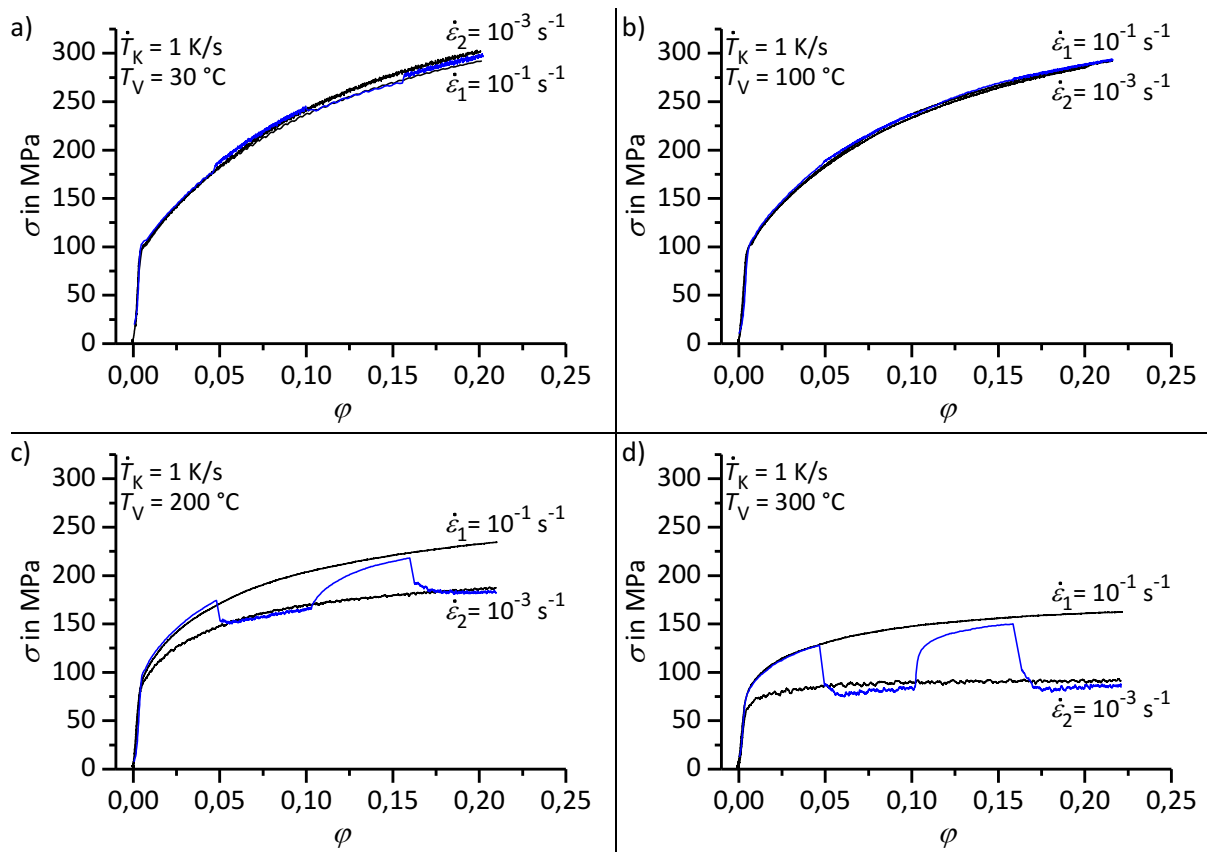


Abbildung 4.18: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg5 aus Versuchen mit konstanter Dehnrate und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

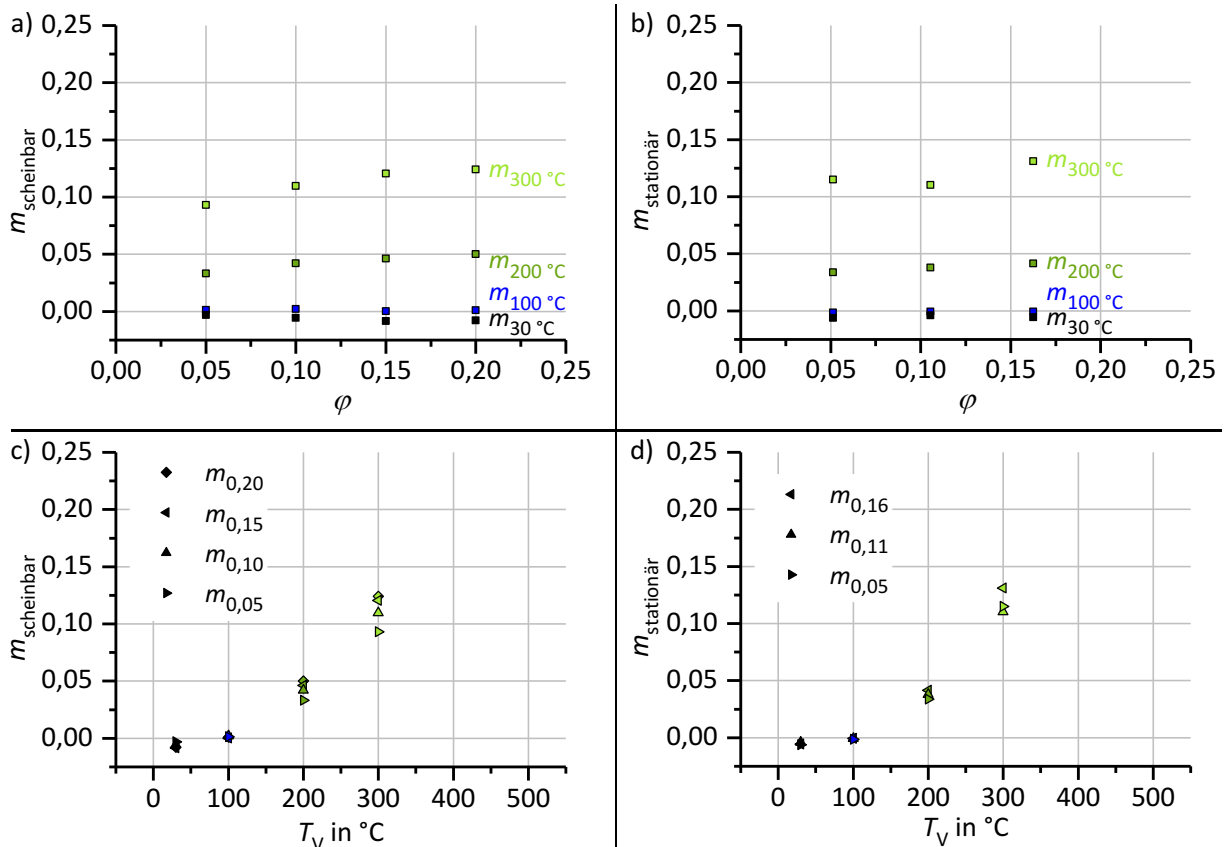


Abbildung 4.19: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg5 in Abhängigkeit der Dehnung ϕ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

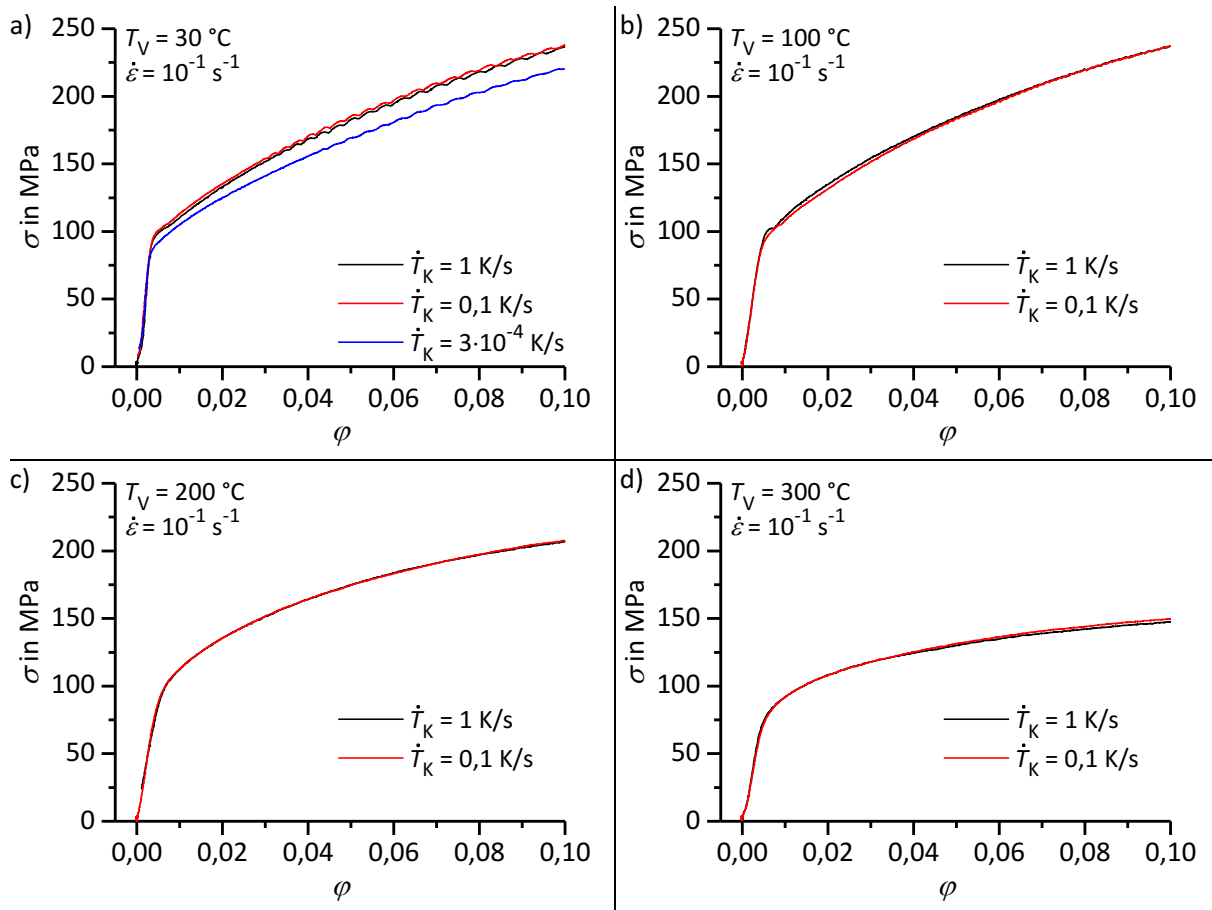


Abbildung 4.20: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg5 in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

4.3 Al-Si-Legierungen

4.3.1 Mikrostrukturentwicklung

Ausscheidungsverhalten basierend auf DSC-Untersuchungen

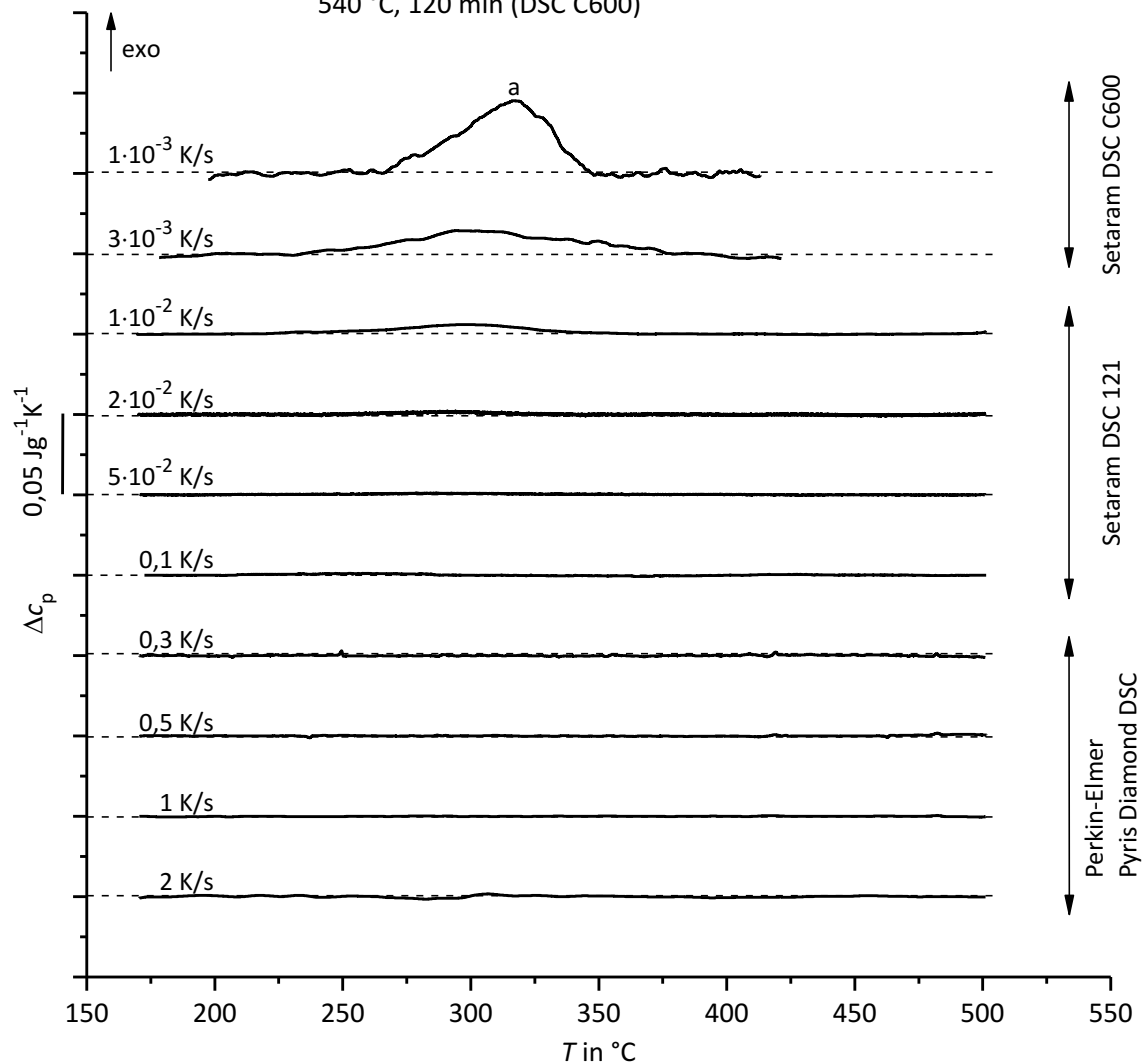
a) Direkte Versuchsführung (in-situ Abkühlexperimente)

Die Versuchsergebnisse der direkten in-situ Abkühlexperimente an Legierung AlSi0,25 sind in Abbildung 4.21 zusammengestellt (s. a. [201,202]). Die DSC-Abkühlkurven zeigen deutlich, dass Ausscheidungsreaktionen in dieser Legierung nur bei äußerst geringen Abkühlgeschwindigkeiten ($\dot{T}_K \leq 10^{-2}$ K/s) auftreten. Im gesamten untersuchten Kühlratenbereich kann dabei nur ein Hauptreaktionsbereich (Peak a) festgestellt werden. Wird die Legierung nach dem Lösungsglühen mit einer Geschwindigkeit von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s abgekühlt, setzen Ausscheidungsreaktionen bei einer Temperatur von etwa 350 °C ein. Nach Durchlaufen des Reaktionsmaximums bei einer Temperatur von 320 °C ist das Ende des Reaktionsbereichs bei etwa 260 °C zu identifizieren. Die Ausscheidungsreaktionen werden mit steigender Abkühlgeschwindigkeit zunehmend unterdrückt, wobei sich die Peakmaxima zu tieferen Temperaturen verschieben.

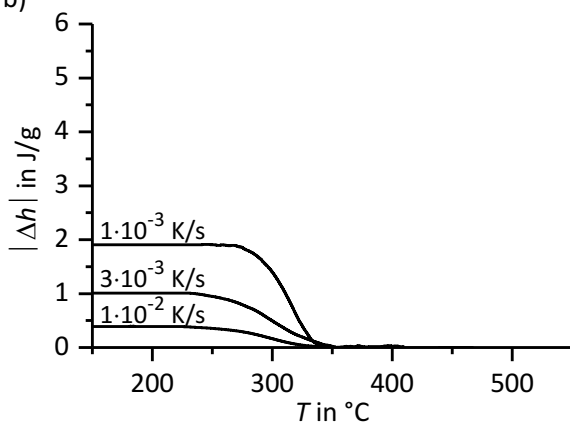
Abbildung 4.21 b zeigt die Enthalpieentwicklung in Abhängigkeit der Temperatur für verschiedene Kühlraten. Es wird nochmals deutlich, dass ein Großteil der Ausscheidungsbildung im Temperaturbereich $T = 250^\circ\text{C} - 350^\circ\text{C}$ erfolgt. Auch die Abnahme der Reaktionsintensität mit steigender Kühlrate geht aus diesem Diagramm hervor. Die Reaktionsenthalpie nach Abkühlung auf RT liegt bei einer Kühlgeschwindigkeit von $5 \cdot 10^{-2}$ K/s erstmals unterhalb der festgelegten Auflösungsgrenze von 0,1 J/g. Somit liegt die kritische Abschreckgeschwindigkeit \dot{T}_{krit} dieser Legierung ebenfalls in diesem Bereich. Bei Unterschreitung dieser Kühlrate nimmt die gemessene spezifische Ausscheidungswärme und somit die durch Ausscheidungen hervorgerufene Enthalpieänderung kontinuierlich zu, wie Abbildung 4.21 c zeigt. Bei der langsamsten, direkt gemessenen Kühlrate von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s wurde eine mittlere Enthalpieänderung von $|\Delta h_K| = 2,1$ J/g ermittelt.

a)

Abkühlen von AlSi0,25 nach Lösungsglühung:
 540 °C, 20 min (Pyris Diamond DSC, DSC 121)
 540 °C, 120 min (DSC C600)



b)



c)

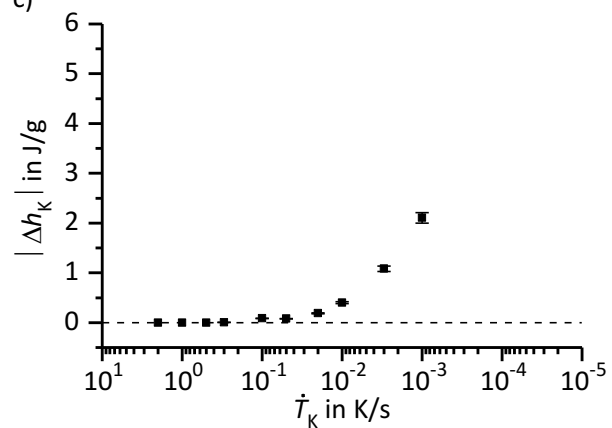
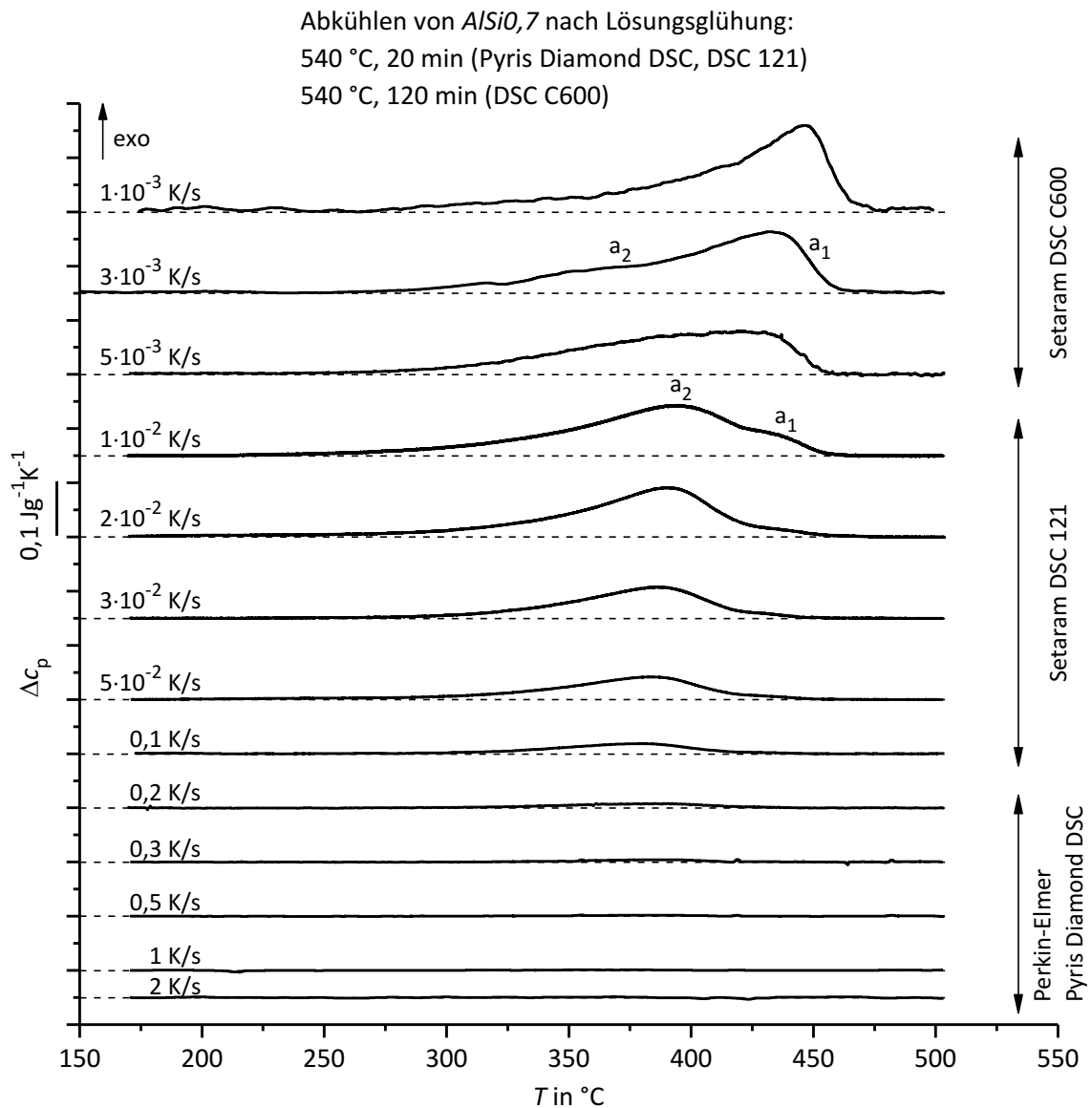


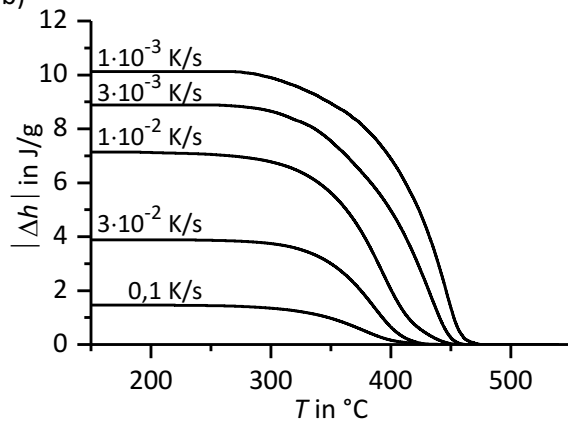
Abbildung 4.21: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlSi0,25 .

- a) Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur
- b) Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h|$ als Funktion der Temperatur
- c) Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit

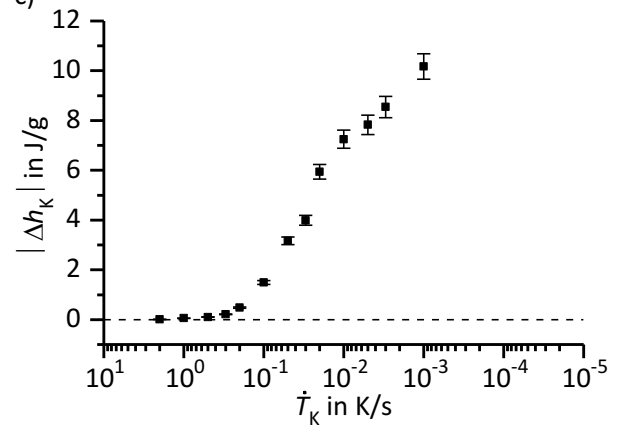
a)



b)



c)

Abbildung 4.22: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an $AlSi0,7$.

- Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h|$ als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_k|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit

Eine Übersicht zu den DSC-Abkühlsergebnissen für die Legierung AlSi0,7 ist in Abbildung 4.22 dargestellt (s. a. [201,202]). Durch einen Vergleich der Messkurven über den sehr großen untersuchten Kühlgeschwindigkeitsbereich wird deutlich, dass mindestens zwei unterschiedliche Hauptreaktionsbereiche (Peaks a_1 und a_2) nachgewiesen werden können. Bei Kühlraten $\dot{T}_K < 10^{-2}$ K/s dominieren Reaktionen, die bei sehr hohen Temperaturen ablaufen und deshalb nachfolgend als Hochtemperatur(HT)-Reaktionen (a_1) bezeichnet werden. Für eine Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s liegt die Starttemperatur dieser Reaktionen bei etwa 475 °C. Mit zunehmender Kühlrate ist ein kontinuierlicher Abfall der Starttemperatur um wenige 10 K festzustellen. Für die Kühlrate $\dot{T}_K = 0,1$ K/s, bei welcher der Hochtemperaturbereich gerade noch nachweisbar ist, liegt die Starttemperatur bei etwa 450 °C. Neben der Starttemperatur driftet auch das Peakmaximum dieses Reaktionsbereichs zu tieferen Temperaturen. Bei der langsamsten in-situ untersuchten Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s kann das Maximum des Reaktionsbereichs bei ungefähr 445 °C nachgewiesen werden. Bei schnelleren Kühlraten kommt es zu einer Überlagerung der HT-Reaktionen mit dem zweiten Hauptreaktionsbereich (a_2), sodass die Maxima nicht mehr eindeutig identifizierbar sind. Es lässt sich jedoch abschätzen, dass die Maxima um etwa 30 K zu niedrigeren Temperaturen verschoben werden. Aus Abbildung 4.22 a geht weiterhin hervor, dass die HT-Reaktionen mit zunehmender Kühlgeschwindigkeit an Intensität verlieren und der Reaktionsbereich a_2 , nachfolgend als Niedertemperatur(NT)-Bereich bezeichnet, an Bedeutung gewinnt. Die Starttemperaturen dieser NT-Reaktionen können nicht eindeutig bestimmt werden, da sich die Temperaturbereiche beider Hauptreaktionen teilweise überlagern. Die Starttemperaturen liegen jedoch für alle Kühlbedingungen zwischen 410 °C und 450 °C.

Auffällig ist, dass die Intensität der NT-Reaktionen mit steigender Kühlrate zunächst ansteigt. Für eine Kühlrate von $\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-3}$ K/s weisen beide Hauptreaktionsbereiche ähnliche Intensitäten auf. Bei einer Rate von $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s sind die HT-Reaktionen (a_1) hingegen bereits stark unterdrückt und laufen nur noch sehr schwach ab. Der NT-Bereich (a_2) weist bei derartigen Kühlgeschwindigkeiten hingegen die größte Intensität auf. Die Temperatur der Peakmaxima von NT-Reaktionen scheint bis zu dieser Kühlrate zunächst anzuwachsen. Sobald die HT-Reaktionen jedoch nahezu vollständig unterdrückt sind und die NT-Reaktionen ihre maximale Intensität erreichen, führt eine weitere Erhöhung von \dot{T}_K zu einer Drift der Peakmaxima zu tieferen Temperaturen. Bei einer zehnfach schnelleren Abkühlung mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s liegt das Peakmaximum bei etwa 380 °C und somit etwa 10 K niedriger als das Maximum bei höchster Reaktionsintensität. Nach Unterdrückung der HT-Reaktionen führt eine Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit ebenfalls zu einer kontinuierlichen Unterdrückung der NT-Reaktionen.

Steigende Kühlgeschwindigkeiten führen generell zu einer Abnahme der Gesamtreaktionsintensität, wie der temperaturabhängige Enthalpieverlauf in Abbildung 4.22 b zeigt. Große Enthalpieänderungen werden insbesondere im Temperaturbereich $T = 250^\circ\text{C} - 450^\circ\text{C}$ hervorgerufen. Somit wird deutlich, dass relevante Festphasenumwandlungen in diesem Bereich

auftreten. Aus dem Diagramm geht erneut hervor, dass die Starttemperatur der Reaktionen mit anwachsender Kühlrate abnimmt. Hohe Kühlgeschwindigkeiten führen somit zu einer größeren Unterkühlung der Legierung.

Wird eine lineare Abkühlung bis RT vorgenommen, zeigt sich der große Einfluss der Kühlgeschwindigkeit auf das Ausscheidungsverhalten anhand der resultierenden Enthalpiewerte (Abbildung 4.22 c). Eine Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 0,1 \text{ K/s}$ hat eine Enthalpieänderung des Systems um etwa $|\Delta h_K| = 1,5 \text{ J/g}$ zur Folge. Für eine Rate von $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$ beträgt die Enthalpieänderung mit ungefähr $|\Delta h_K| = 7,3 \text{ J/g}$ in etwa das Fünffache dieses Wertes. Bei Abkühlungen mit $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ lässt sich eine weitere deutliche Erhöhung feststellen. Die Enthalpieänderung beträgt unter diesen Abkühlbedingungen etwa $|\Delta h_K| = 10,2 \text{ J/g}$. Auch die kritische Abschreckgeschwindigkeit \dot{T}_{krit} kann anhand der Enthalpiewerte aus der Abbildung abgeschätzt werden. Die Ausscheidungsintensität nimmt bei steigender Kühlrate kontinuierlich ab. Bei einer Rate von $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$ liegt die Intensität der Reaktionen erstmals unterhalb der festgelegten Nachweisgrenze des angewendeten Messverfahrens. Die kritische Rate \dot{T}_{krit} der Legierung AlSi0,7 liegt somit im Bereich $\dot{T}_K = 0,5 - 1 \text{ K/s}$.

b) Indirekte Versuchsführung (Wiedererwärmexperimente)

Bei der indirekten Versuchsführung wurde angestrebt, den untersuchbaren Kühlratenbereich zu deutlich niedrigeren Werten zu erweitern. In einem ersten Schritt musste daher kontrolliert werden, ob den in Kapitel 3.2 beschriebenen Anforderungen an das Prüfverfahren Genüge geleistet werden kann. In Vorversuchen wurde geprüft, ob sich mit gerätespezifischen Erwärmraten \dot{T}_{WE} und Maximaltemperaturen T_{WE} ein Gleichgewichtszustand ($h_0 = 0$) auch nach vorangegangener langsamer Abkühlung einstellen lässt (vgl. Abbildung 3.1 b). Nur unter der Bedingung, dass bis zum Erreichen von T_{WE} erneut ein vollständiger MK eingestellt wurde, lassen sich aus der Enthalpieänderung bei Wiedererwärmung Rückschlüsse auf die Enthalpieänderung bei vorheriger Abkühlung gewinnen.

In den Vorversuchen wurden Proben aus AlSi0,7, welche mit einer sehr langsamen Rate $\dot{T}_K = 10^{-4} \text{ K/s}$ vom Lösungsglühen abgekühlt worden sind, mit verschiedenen Raten \dot{T}_{WE} wiedererwärmt. Die Untersuchungen erfolgten an dieser Legierung, da die im Vergleich zu AlSi0,25 deutlich größeren, direkt gemessenen Enthalpiewerte $|\Delta h_K|$ auf einen höheren Ausscheidungsvolumengehalt schließen lassen. Die Erfüllung der gestellten Forderungen (Auflösung aller Ausscheidungen beim Erwärmen) ist in AlSi0,7 somit grundsätzlich schwieriger sicherzustellen. Die untersuchten Wiedererwärmraten betrugen $\dot{T}_{\text{WE}} = 0,1 \text{ K/s}$ (*PerkinElmer Pyris Diamond DSC*), $\dot{T}_{\text{WE}} = 10^{-2} \text{ K/s}$ (*Setaram DSC 121*) sowie $\dot{T}_{\text{WE}} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$ (*Setaram DSC C600*).

Die gemessene spezifische Wärmekapazitätsdifferenz im relevanten Temperaturbereich bis zur maximalen Temperatur von $T_{\text{WE}} = 570 \text{ °C}$ zeigt Abbildung 4.23. Für alle untersuchten Wiedererwärmgeschwindigkeiten laufen oberhalb von 300 °C ausschließlich endotherme Auflösungsreaktionen ab.

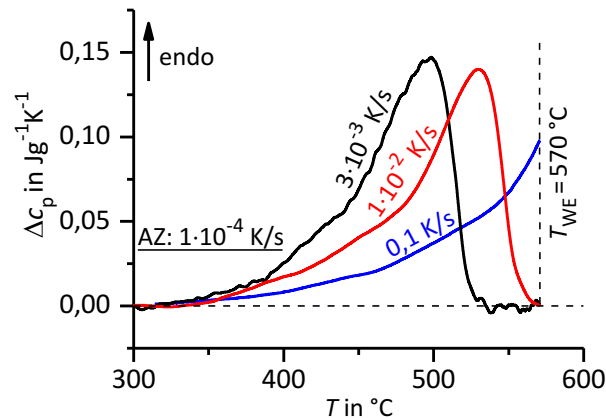


Abbildung 4.23: Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur beim Wiedererwärmen von Proben aus AlSi0,7 mit unterschiedlichen Raten \dot{T}_{WE} . Alle Proben sind zuvor mit $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s vom Lösungsglühen auf RT abgekühlt worden und weisen somit einen identischen AZ auf.

Mit einer vergleichsweise raschen Erwärmung von $\dot{T}_{WE} = 0,1$ K/s wurde das Reaktionsmaximum beim Erreichen von 570 °C noch nicht durchlaufen. Es laufen noch ausgiebige Phasenumwandlungen im Werkstoff ab. Die Forderung, beim Erwärmen alle zuvor gebildeten Ausscheidungsteilchen vollständig aufzulösen, kann mit dieser Erwärmrate daher nicht erfüllt werden.

Die spezifische Wärmekapazitätsdifferenz fällt bei einer langsameren Erwärmung mit $\dot{T}_{WE} = 10^{-2}$ K/s bis zu einer Temperatur von 570 °C hingegen wieder auf einen Wert von $\Delta c_p = 0$ Jg⁻¹K⁻¹ ab. Bis zum Erreichen der maximalen Wiedererwärmtemperatur gelingt es für den untersuchten AZ ($\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s) somit, der Forderung nachzukommen, alle Fremdatome erneut in Lösung zu bringen. Der reaktionsfreie Temperaturbereich nach Abschluss der endothermen Reaktionen beträgt jedoch nur wenige Kelvin. Bereits bei deutlich tieferen Temperaturen sind alle Reaktionen abgeschlossen, wenn die Proben mit einer noch langsameren Geschwindigkeit von $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3}$ K/s erwärmt werden. Ab etwa $T = 535$ °C ist dann keine Wärmekapazitätsdifferenz mehr festzustellen, sodass sich ein sehr ausgeprägter reaktionsfreier Bereich über $\Delta T \approx 35$ K einstellt. Aus den Vorversuchen kann geschlossen werden, dass die Messmethodik der indirekten Versuchsführung für die untersuchten Legierungen angewendet werden kann. Die in Kapitel 3.2 gestellte Forderung nach einem geschlossenen thermodynamischen Zyklus ($\Delta h = 0$) lässt sich für den untersuchten AZ ($\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s) grundsätzlich realisieren.

Abbildung 4.24 zeigt Ergebnisse der indirekten DSC-Messungen für die Legierung AlSi0,25. Anhand der Δc_p -Verläufe ist ersichtlich, dass es mit einer Erwärmrate von $\dot{T}_{WE} = 10^{-3}$ K/s gelungen ist, die Messanforderungen für alle untersuchten AZ zu erfüllen. Alle endothermen Reaktionen sind vor Erreichen der maximalen Temperatur vollständig abgeschlossen. Es wird darüber hinaus deutlich, dass die ablaufende Ausscheidungs- und Auflösungssequenz vom AZ, d. h. von der vorangegangenen Abkühlung, abhängt.

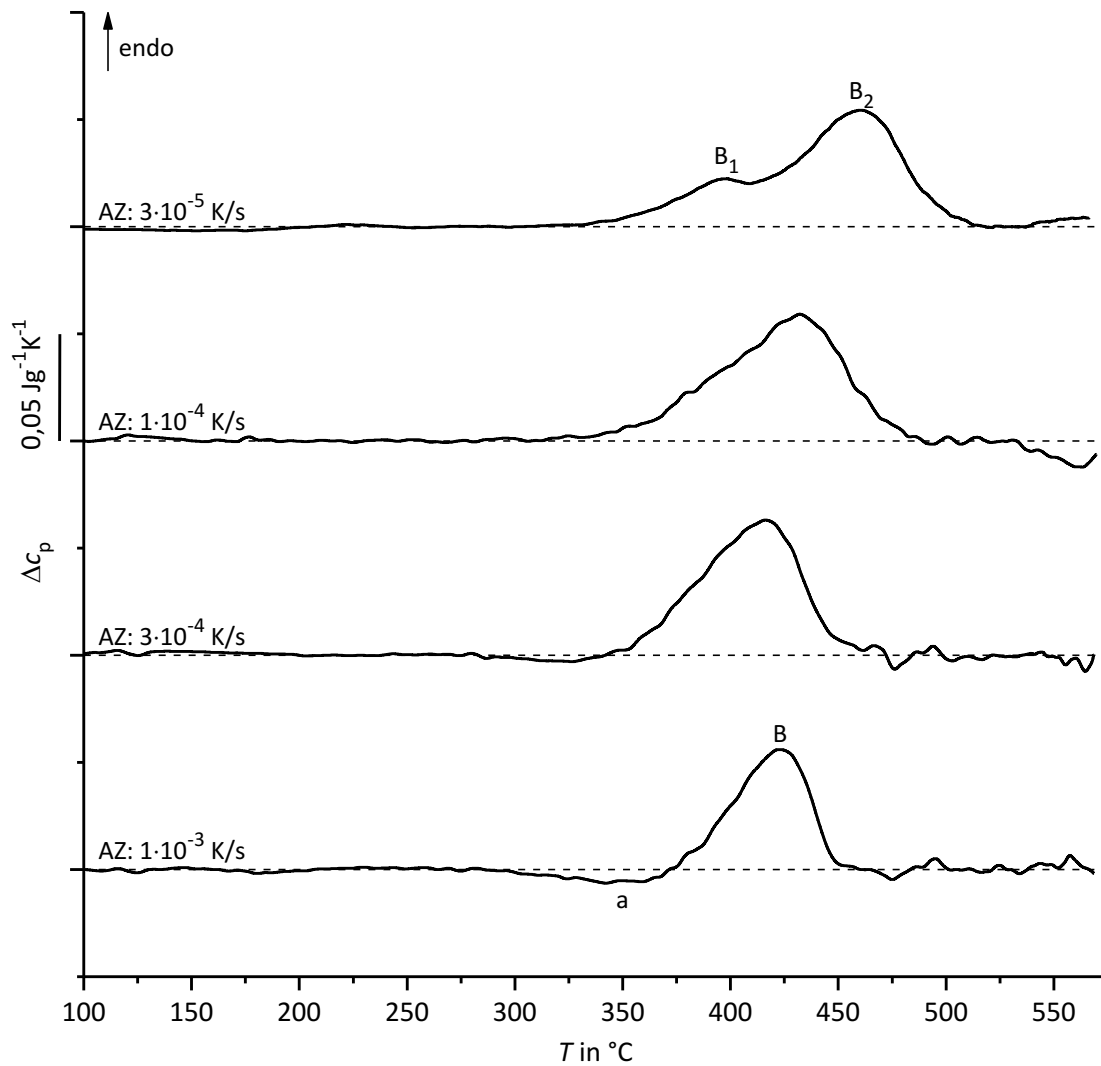
Für Proben, die zuvor mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s abgekühlt wurden, setzen bei etwa 280 °C exotherme Ausscheidungsreaktionen (Peak a) ein. Im direkten Anschluss an diesen Reaktionsbereich ($T \approx 375$ °C) kommt es zur Auflösung von Ausscheidungen, welche endotherme Reaktionen (Peak B) im Werkstoff hervorrufen. Bei $T \approx 450$ °C sind alle Reaktionen abgeschlossen, sodass erneut ein vollständiger MK-Zustand vorliegt. Bei Proben, die mit langsameren Raten abgekühlt worden sind, verringert sich bei Wiedererwärmung die Intensität des exothermen Reaktionsbereichs (a) kontinuierlich. Für Ausgangszustände $\dot{T}_K < 3 \cdot 10^{-4}$ K/s können keine exothermen Reaktionen mehr nachgewiesen werden. Die Intensität der endothermen Reaktionen (B) erhöht sich hingegen bei Verringerung der Kühlrate \dot{T}_K . Für den AZ $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s ist sogar eine deutliche Separation des endothermen Bereichs in zwei Einzelreaktionen B₁ und B₂ zu erkennen. Die erforderliche Endtemperatur der endothermen Reaktionen steigt mit kleinerer Kühlrate (stabilerem AZ) etwas an. Für den Zustand $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s sind alle Reaktionen erst bei etwa 510 °C abgeschlossen und somit bei etwa 60 K höherer Temperatur als für den AZ $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s. Die Starttemperatur des endothermen Reaktionsbereichs verringert sich hingegen. Für Proben, die mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s gekühlt worden sind, setzen Auflösungsreaktionen bereits bei etwa 325 °C ein.

Die Enthalpieentwicklung beim Wiedererwärmen ist in Abhängigkeit des AZ in Abbildung 4.24 b dargestellt. Für alle Zustände kommt es bei Wiedererwärmung zu einer Enthalpieerhöhung $\Delta h_{WE} > 0$, da überwiegend endotherme Reaktionen ablaufen. Bis zum Erreichen der Maximaltemperatur $T_{WE} = 570$ °C ist bei der angewendeten Erwärmrate für alle Zustände ein Gleichgewichtszustand hergestellt, für welchen ein Enthalpiezustand $h_0 = 0$ definiert wurde (vgl. Kapitel 3.2). Die beim Wiedererwärmen aufgetretene Enthalpieänderung Δh_{WE} ist für die verschiedenen AZ jedoch sehr unterschiedlich, wie die temperaturabhängigen Enthalpiekurven verdeutlichen. Aus dem Wert Δh_{WE} , welcher sich aus der Enthalpiedifferenz von AZ und Gleichgewichtszustand h_0 ergibt, kann sofort auf den Wert $\Delta h_K (= -\Delta h_{WE})$ geschlossen werden. Die Enthalpiekurven geben somit Aufschluss über die negative Enthalpieänderung, welche bei vorheriger Abkühlung aufgetreten ist und den AZ genau definiert.

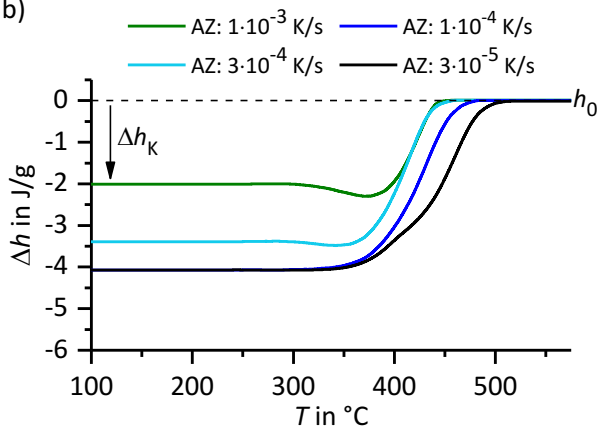
In Abbildung 4.24 c sind die Beträge der Enthalpiewerte $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT über der Kühlgeschwindigkeit \dot{T}_K aufgetragen. Aus dem Diagramm geht nochmals hervor, dass der untersuchbare Kühlgeschwindigkeitsbereich mit der indirekten Versuchsführung hin zu deutlich niedrigeren Werten erweitert werden konnte. Für eine Kühlrate von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s wurde für die Enthalpieänderung ein Mittelwert von etwa $|\Delta h_K| = 2,3$ J/g bestimmt. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung zu den direkten DSC-Ergebnissen, bei denen die identische Kühlrate in-situ gemessen worden ist. Die absolute Abweichung der mit beiden Versuchsführungen ermittelten Werte beträgt lediglich 0,2 J/g und liegt im festgelegten Bereich der geräte- und auswertebedingten Messunsicherheit von ± 5 %. Eine ausgeprägtere Ausscheidungsbildung bei noch langsamerer Abkühlung geht aus dem weiteren Anstieg der Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ hervor. Für die geringste untersuchte Abkühlgeschwindigkeit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s konnte mit der indirekten Messung ein Mittelwert von $|\Delta h_K| = 4,4$ J/g bestimmt werden.

a)

Wiedererwärmen von $AlSi0,25$ in unterschiedlichem Ausgangszustand (AZ) mit $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$



b)



c)

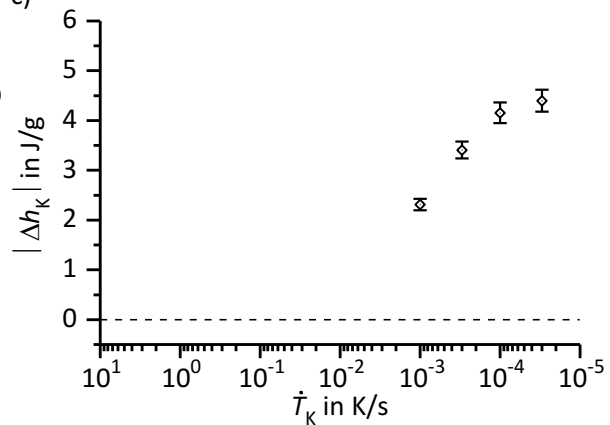
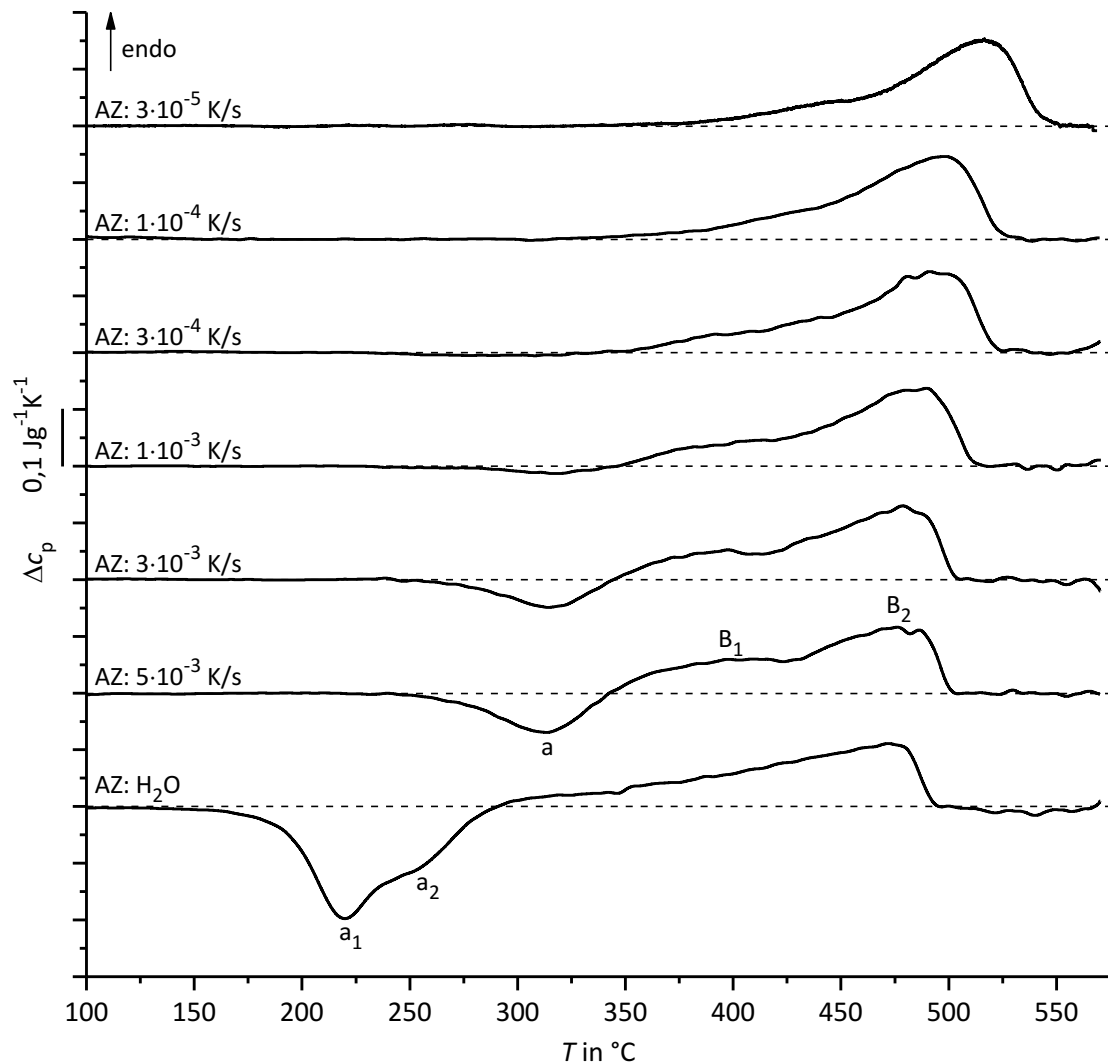


Abbildung 4.24: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit indirekter Versuchsführung an $AlSi0,25$.

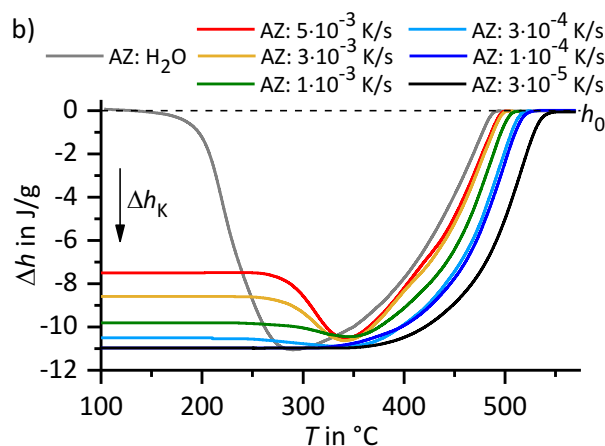
- Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung Δh als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit

a)

Wiedererwärmen von $AlSi0,7$ in unterschiedlichem Ausgangszustand (AZ) mit $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$



b)



c)

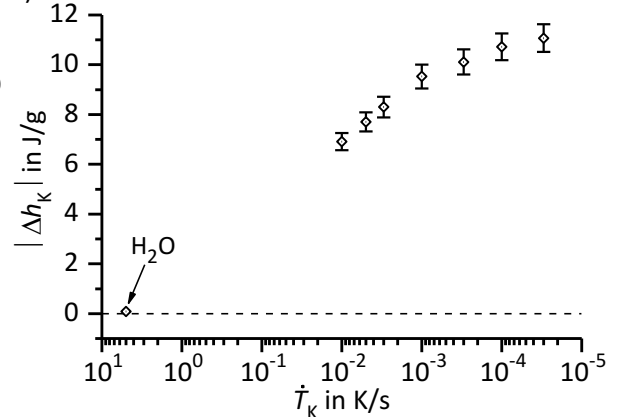


Abbildung 4.25: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit indirekter Versuchsführung an $AlSi0,7$.

- a) Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur
- b) Spezifische Enthalpieänderung Δh als Funktion der Temperatur
- c) Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit

Die Ergebnisse für die Legierung AlSi0,7 sind in Abbildung 4.25 zusammengestellt (s. a. [202]). Die ablaufenden Ausscheidungs- und Auflösungssequenzen sind auch bei diesem Werkstoff stark vom AZ abhängig, wie aus der Übersicht der Δc_p -Verläufe hervorgeht. Zusätzlich zu sehr langsam abgekühlten Zuständen ist auch die DSC-Erwärmkurve für eine zuvor überkritisch in Wasser abgeschreckte Probe (AZ: H₂O) dargestellt. Wird die überkritisch abgeschreckte und somit vollständig an gelösten Legierungselementatomen übersättigte Probe mit der gewählten Rate von $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3}$ K/s wiedererwärmt, setzen bei etwa 130 °C erste Ausscheidungsreaktionen ein. Der gesamte exotherme Reaktionsbereich erstreckt sich bis etwa 290 °C und setzt sich aus mindestens zwei sich überlagernden Einzelreaktionen (a₁ und a₂) zusammen. Für Proben, die mit deutlich geringerer Kühlrate vom Lösungsglühen abgekühlt worden sind, zeigen sich Ausscheidungsreaktionen geringerer Intensität, die außerdem bei höheren Temperaturen ablaufen. Abgesehen von der überkritisch gekühlten Probe lässt sich in allen anderen AZ ($\dot{T}_K \leq 5 \cdot 10^{-3}$ K/s) maximal ein exothermer Peak (a) nachweisen. Ab einer Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s laufen letztlich keine exothermen Reaktionen mehr ab.

Unabhängig vom AZ treten bei hohen Temperaturen stets endotherme Auflösungsreaktionen auf, welche sich aus mindestens zwei überlagerten Einzelreaktionen (B₁ und B₂) zusammensetzen. Bis zum Erreichen der Maximaltemperatur sind alle Reaktionen stets vollständig abgeschlossen, sodass die indirekte Methode mit den gewählten Parametern uneingeschränkt anwendbar ist. Der Temperaturbereich, in welchem endotherme Reaktionen ablaufen, verschiebt sich bei Verringerung der Abkühlrate kontinuierlich zu immer höheren Werten. Während sich das Peakmaximum der Reaktion B₂ um etwa 35 K zu höheren Temperaturen verschiebt, verlagert sich das Reaktionsende (Solvustemperatur) sogar um insgesamt etwa 50 K von $T = 495$ °C für die in Wasser abgeschreckte Probe zu $T = 545$ °C für die mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s gekühlte Probe. Auffällig ist zudem, dass die Intensität der Reaktion B₁ im AZ $\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-3}$ K/s am größten zu sein scheint. Mit abnehmender Kühlrate verringert sich die Reaktionsintensität kontinuierlich, während die Reaktion B₂ an Intensität gewinnt. Eine quantitative Bestimmung der Entwicklung ist aufgrund der ausgeprägten Überlagerung nicht möglich.

Den resultierenden Enthalpieverlauf während der Wiedererwärmung bildet Abbildung 4.25 b ab. Da sich in allen Werkstoffzuständen bei hohen Temperaturen ein Gleichgewichtszustand einstellt, konnte diesem Zustand erneut ein Enthalpieniveau $h_0 = 0$ zugeordnet werden. Der Enthalpieverlauf einer in Wasser abgeschreckten Probe verdeutlicht sehr eindrucksvoll, dass der identische Zustand (vollständiger MK) auch im überkritisch abgeschreckten Werkstoff vorliegt. Beim Erwärmen kommt es ausgehend von diesem Enthalpiezustand durch Ausscheidungsbildung und daran geknüpfte exotherme Reaktionen zunächst zu einer Verringerung der Enthalpie um bis zu $\Delta h \approx -11$ J/g. Wie bereits erläutert, setzen ab etwa 290 °C endotherme Reaktionen ein. Durch Auflösung der ausgeschiedenen Phasen erhöht sich der Enthalpiewert des Systems kontinuierlich. Nach Abschluss der endothermen Reaktionen liegen alle Fremdatome erneut in Lösung vor. Der vollständige MK-Zustand ist somit wiederhergestellt und

der Werkstoff hat sein ursprüngliches Enthalpieniveau von $h_0 = 0$ wieder angenommen. Beim Erwärmen des vollständig übersättigten Zustandes ergibt sich somit eine ausgeglichene Intensität von exothermen und endothermen Reaktionen ($\Delta h_{WE} = 0$).

Für Werkstoffzustände, die aus sehr langsamer Abkühlung vom Lösungsglügen resultieren, überwiegt hingegen der Anteil an endothermen Reaktionen. Der gesamte Enthalpieumsatz beim Wiedererwärmen wird somit positiv ($\Delta h_{WE} > 0$). Erneut lässt sich aus dieser Enthalpieänderung auf die bei vorangegangener Abkühlung aufgetretene Enthalpieänderung Δh_K schließen. In Abbildung 4.25 b gehen die Unterschiede verschiedener Ausgangszustände aus den Werten Δh bei tiefen Temperaturen hervor. Langsame Abkühlraten bewirken betragsmäßig große Enthalpieänderungen Δh_K . Die Beträge dieser Enthalpieänderungen sind in Abbildung 4.25 c in Abhängigkeit der Kühlgeschwindigkeit dargestellt. Es ergibt sich der bekannte Verlauf. Während bei überkritischer Wasserabschreckung keine Enthalpieänderung auftritt, steigt $|\Delta h_K|$ mit sinkender Kühlrate deutlich an. Mit der indirekten Versuchsführung konnte der untersuchbare Kühlgeschwindigkeitsbereich bis $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5} \text{ K/s}$ erweitert werden. Bei dieser Abkühlgeschwindigkeit wurde für die Ausscheidungsenthalpie ein Mittelwert von $|\Delta h_K| = 11,1 \text{ J/g}$ gemessen.

c) Zusammenfassung der Ergebnisse aus direkten und indirekten DSC-Experimenten

Es konnte gezeigt werden, dass die indirekte Versuchsführung für beide untersuchten Legierungen angewendet werden kann. Der untersuchbare Kühlgeschwindigkeitsbereich konnte dadurch erheblich erweitert werden. Wie Abbildung 4.26 zeigt, fügen sich die indirekt bestimmten Werte für $|\Delta h_K|$ sehr gut in den durch in-situ Messungen bestimmten Verlauf ein. Für die Legierung AlSi0,7 wurde der Enthalpieumsatz bei Abkühlung für vier Kühlraten ($\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s} - 10^{-3} \text{ K/s}$) mit beiden Versuchsführungen gemessen. Aus der Abbildung geht die insgesamt hervorragende Übereinstimmung der resultierenden Ergebnisse hervor.

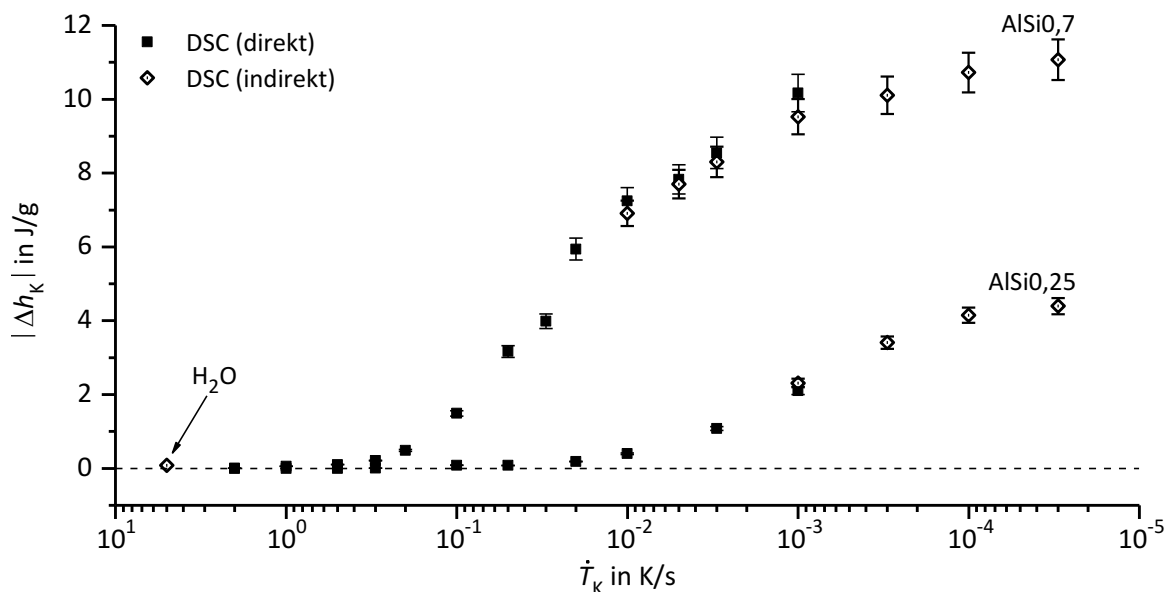


Abbildung 4.26: Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit aus direkten und indirekten DSC-Messungen an beiden Al-Si-Legierungen.

Die durch Wiedererwärmversuche bestimmten Enthalpiewerte liegen zwar tendenziell geringfügig tiefer, jedoch stets im festgelegten Bereich der geräte- und auswertebedingten Messunsicherheit. An der Legierung AlSi0,25 wurde daher lediglich die Kühlrate $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s mit beiden Verfahren analysiert. Wie bereits erwähnt, ist eine gute Übereinstimmung auch für diesen Werkstoff gegeben. Dies geht aus Abbildung 4.26 nochmals hervor. Es wird ebenfalls deutlich, dass mit der indirekten Messung Kühlraten ausgewertet werden konnten, die über eine Größenordnung niedriger sind, als jene, die bislang einer Analyse zugänglich waren.

Mikrostrukturanalytik

a) Ausscheidungsverhalten

Eine metallografische Bewertung der Ausscheidungsbildung wurde an der Legierung AlSi0,7 vorgenommen, da an AlSi0,25 mit DSC-Untersuchungen nur schwache Reaktionsintensitäten festgestellt worden sind, die auf eine vergleichsweise schwache Teilchenbildung in dieser Legierung hindeuten. Die Entwicklung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 mit variierender Abkühlgeschwindigkeit wurde zunächst durch mikroskopische Untersuchungen an Proben nachvollzogen, die mit konstanten Geschwindigkeiten auf RT abgekühlt worden sind. Lichtmikroskopische Gefügaufnahmen polierter Proben dieser Zustände sind in Abbildung 4.27 zusammengestellt.

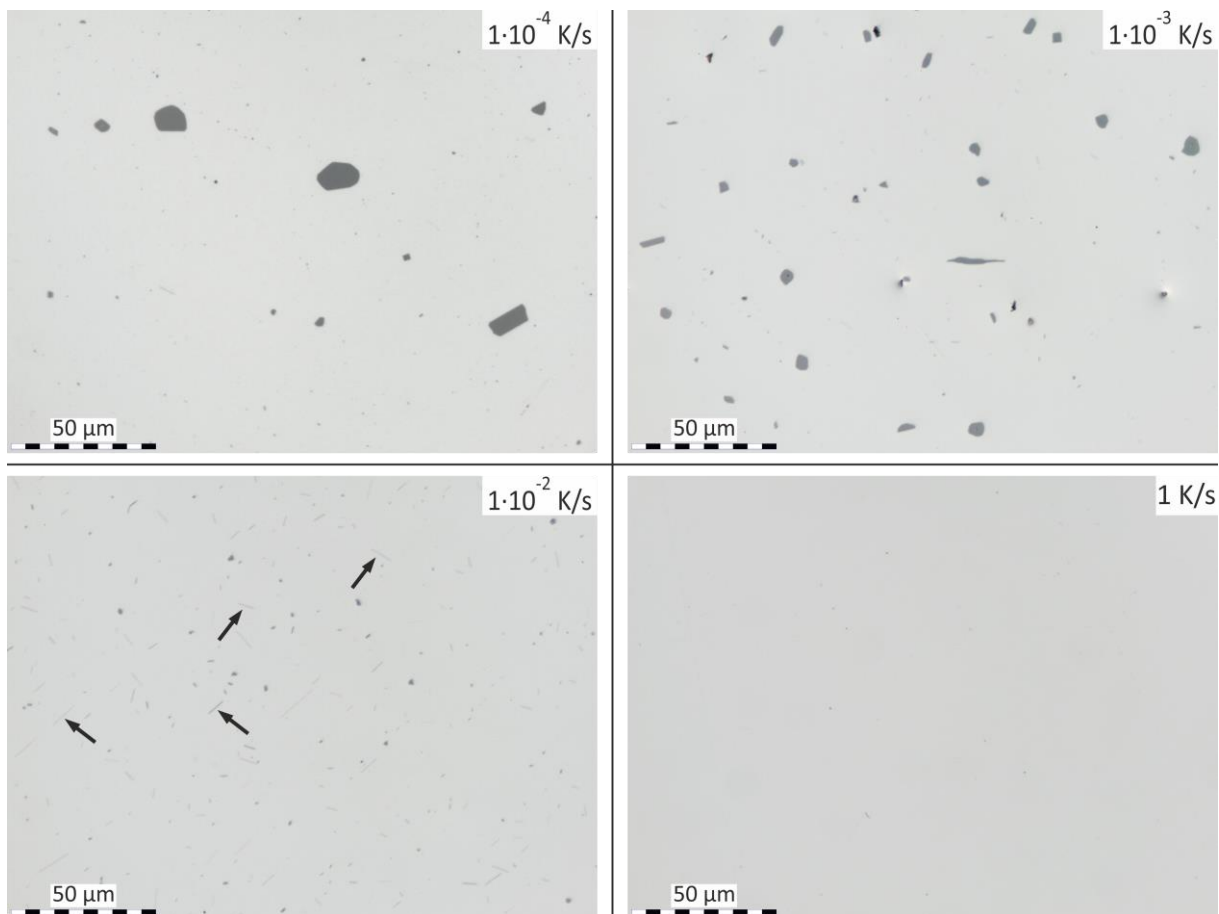


Abbildung 4.27: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.

In Proben, welche mit einer sehr langsamen Rate $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s abgekühlt worden sind, konnten im polierten Zustand äußerst grobe, polygonal und globular geformte Ausscheidungspartikel nachgewiesen werden. Einige Partikel weisen Ausdehnungen von 10 – 15 μm auf. Die groben Partikel weisen zudem sehr große Abstände von mehreren 10 – 100 μm zueinander auf. Neben diesen sehr großen Teilchen sind zusätzlich etwas kleinere (einige μm), ebenfalls rundliche Partikel mit feinerer Verteilung zu erkennen. Ein Vergleich mit Proben, welche mit einer schnelleren Rate von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s gekühlt worden sind, zeigt deutlich, dass die Größe und Verteilung der Ausscheidungen von der Kühlgeschwindigkeit abhängt. Auch bei dieser schnelleren Abkühlung sind erneut polygonale sowie globulare Teilchen nachweisbar. Ihre maximalen Abmessungen reduzieren sich jedoch deutlich auf etwa 5 – 10 μm . Die Anzahl der Ausscheidungen scheint deutlich anzusteigen, sodass sie eine gleichmäßigere und feinere Verteilung aufweisen. Vereinzelt treten gestreckte Partikel mit axialen Abmessungen von mehreren 10 μm bei lateraler Ausdehnung von wenigen μm auf. Wie auch im Zustand $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s sind darüber hinaus sehr kleine, rundliche Partikel wahrzunehmen.

Bei weiterer Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit auf $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s zeigte sich in den DSC-Kurven (Abbildung 4.22) ein dominierender NT-Peak (a_2). Wie die lichtmikroskopische Aufnahme der Mikrostruktur zeigt, hat dies erheblichen Einfluss auf die Morphologie, die Abmessungen sowie die Verteilung der gebildeten Ausscheidungspartikel. In diesem Zustand sind noch immer globulare bzw. polygonale Teilchen nachzuweisen. Ihre Größe hat sich im Vergleich zu den langsameren Abkühlraten jedoch stark verringert. Sie weisen maximale Ausdehnungen von wenigen μm auf. Neben diesen Ausscheidungen ist eine Vielzahl nadel- oder stäbchenförmiger Teilchen mit großem Seitenverhältnis (= Länge/Breite) zu erkennen (Pfeile). Während die laterale Abmessung dieser Partikel im Bereich von etwa 1 μm liegt, erstrecken sie sich in axialer Richtung bis zu 15 μm . In Abbildung 4.28 wurden derartige Teilchen mit identischer Ausrichtung durch farbliche Linien gekennzeichnet. Der gesamte Bildausschnitt zeigt Teilchen innerhalb eines Korns.

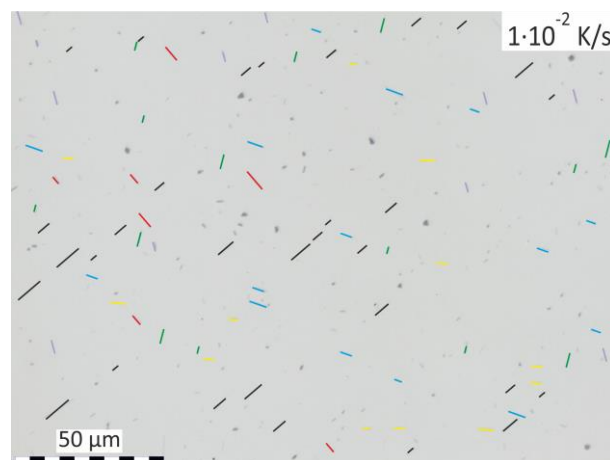


Abbildung 4.28: LM-Aufnahme von AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s sowie farbliche Kennzeichnung von Ausscheidungen mit identischer Ausrichtung.

Es wird deutlich, dass stets mehrere Partikel parallel zueinander ausgerichtet sind. Gleichzeitig lässt sich feststellen, dass die Ausscheidungen entlang mindestens sechs verschiedener Richtungen orientiert sind. Die axialen Abmessungen gleich ausgerichteter Teilchen variieren zudem sehr stark.

Nach einer Abkühlung von AlSi0,7 mit $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$ sind in lichtmikroskopischen Aufnahmen so gut wie keine Ausscheidungspartikel mehr nachweisbar (Abbildung 4.27). Diese Erkenntnis korreliert mit den Ergebnissen der DSC-Untersuchungen, bei denen gezeigt wurde, dass die kritische Abschreckgeschwindigkeit \dot{T}_{krit} in diesem Bereich liegt. Eine Abkühlung mit 1 K/s vom Lösungsglühen scheint daher ausreichend schnell zu sein, um eine Ausscheidungsbildung während des Kühlprozesses vollständig zu unterdrücken. Über eine eventuelle Bildung äußerst kleiner Partikel, welche im Lichtmikroskop nicht auflösbar sind, kann anhand der LM-Aufnahmen jedoch keine Aussage getroffen werden.

Wie bereits angedeutet, wird die Mehrheit der Ausscheidungen im Innern der α -MK gebildet. Um diese Feststellung zu bestätigen, wurden zwei Zustände mit sehr unterschiedlichem Ausscheidungsverhalten ($\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$; $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$) mit dem elektrolytischen Ätzverfahren nach Barker präpariert. Durch die Bildung einer anodisierten Schicht beim elektrolytischen Ätzen können verschiedene Körner unter polarisiertem Licht sehr genau kontrastiert werden. Die Ätzung erfolgte mit einem *Struers LectroPol-5* bei einer Spannung von 20 V und einer Flussrate von 5 für eine Dauer von 120 s. Als Elektrolyt wurde 50 ml 35 %ige Tetrafluorbor-säure (HBF_4) in 950 ml destilliertem Wasser angewendet. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen erfolgten erneut am *Leica DMI5000 M*, jedoch unter polarisiertem Licht. Abbildung 4.29 zeigt resultierende Mikrostrukturaufnahmen für die zwei untersuchten Werkstoffzustände (Kühlraten). Aus den Übersichtsaufnahmen geht nochmal die Verringerung der Teilchengröße bei zunehmender Kühlrate hervor. Durch die kontrastierten Körner wird ersichtlich, dass die Ausscheidung der Partikel bei beiden Kühlraten tatsächlich überwiegend innerhalb der Körner erfolgt. Auf den Korngrenzen selbst sind vereinzelt Ausscheidungen ähnlicher Größenordnung zu erkennen. Zusammenhängende Säume von Ausscheidungspartikeln entlang der Korngrenzen treten in beiden Zuständen nicht auf.

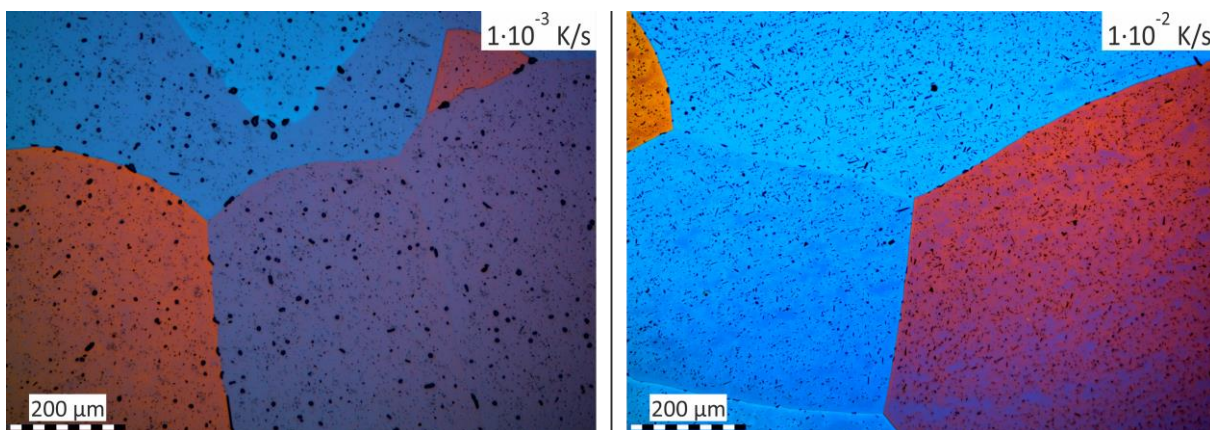


Abbildung 4.29: LM-Aufnahmen (anodisiert nach Barker) zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.

Um die Ausscheidungsbildung für eine festgelegte Abkühlgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Temperatur verfolgen zu können, wurde die lineare Abkühlung in einer zweiten Versuchsreihe durch überkritische Abschreckung unterbrochen (vgl. Kapitel 3.3). Für die überkritische Abkühlung auf RT wurde eine Kühlrate von $\dot{T}_K = 3 \text{ K/s}$ gewählt. Wie gezeigt (Abbildung 4.22), ist diese Kühlrate ausreichend hoch, um Ausscheidungsreaktionen in AlSi0,7 zu unterdrücken ($\dot{T}_{\text{krit}} \approx 1 \text{ K/s} < 3 \text{ K/s}$). Die bis zur definierten Temperatur gebildeten Ausscheidungspartikel wurden erneut durch metallografische Untersuchungen charakterisiert. Auch für diese Untersuchungen wurden anhand der DSC-Ergebnisse von AlSi0,7 (Abbildung 4.22 a) die zwei Abkühlgeschwindigkeiten $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ und $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$ gewählt, da sie ein sehr unterschiedliches Reaktionsverhalten bewirken. Während eine Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ überwiegend HT-Reaktionen (Peak a₁) hervorruft, dominieren bei Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$ NT-Reaktionen (Peak a₂). Dies geht nochmals aus einem detaillierten Vergleich beider DSC-Kurven in Abbildung 4.30 hervor. In der Abbildung sind ebenfalls jene Temperaturen gekennzeichnet, bei denen überkritische Kühlungen auf RT realisiert worden sind. Die Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ wurde in einem ersten Versuch bei einer Temperatur von 490°C unterbrochen, d. h. noch bevor erste Ausscheidungsreaktionen auftreten. Weitere untersuchte Temperaturen sind 440°C und 420°C , um die Ausscheidungsbildung während der HT-Reaktionen verfolgen zu können. Vervollständigt wird die Messreihe mit der Untersuchung nach Abkühlung auf RT. Die lineare Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$ wurde erstmals bei einer Temperatur von 435°C durch überkritische Abkühlung unterbrochen. Bis zu dieser Temperatur dominieren HT-Reaktionen. Bei $T = 395^\circ\text{C}$ weisen die NT-Reaktionen ihre maximale Intensität auf. Die Mikrostruktur wurde daher auch für diesen Zustand untersucht. Für eine Analyse der weiteren Ausscheidungsbildung erfolgte eine metallografische Betrachtung für eine Kühlung bis 360°C und nach vollständiger Abkühlung auf RT.

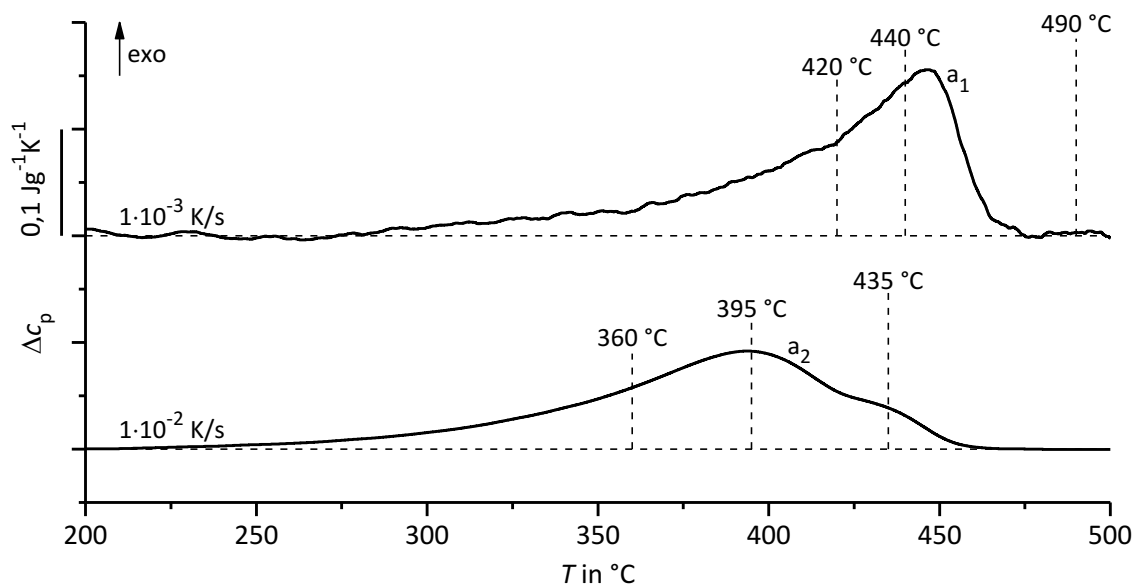


Abbildung 4.30: Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur bei Abkühlung von AlSi0,7 mit zwei verschiedenen Abkühlraten sowie Kennzeichnung der Temperaturen, ab denen für nachfolgende Mikrostrukturuntersuchungen überkritisch abgeschreckt wurde.

Die Entwicklung der Ausscheidungsbildung mit abnehmender Temperatur geht aus Abbildung 4.31 hervor (s. a. [202,203]). Bei langsamer Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s (links) sind bei einer Temperatur von 490 °C noch keine Teilchen nachzuweisen. Mittels LM ist ausschließlich die Al-Matrix zu erkennen. Auch die DSC-Kurven zeigten in diesem Temperaturbereich noch keine Reaktionen. Bei $T = 440$ °C wurde das Peakmaximum der Reaktion a₁ bereits durchlaufen. In Schliffbildern sind nun erste Ausscheidungen nachzuweisen, welche teils globulare und teils polygonale Morphologie aufweisen und bereits Abmessungen von bis zu 5 µm aufweisen. Bei Verringerung der Temperatur wachsen diese Partikel kontinuierlich an. Bei RT weisen sie die aus Abbildung 4.27 bekannten Abmessungen von 5 – 10 µm auf.

Wird die Legierung AlSi0,7 mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s (Abbildung 4.31 b) gekühlt, sind bei einer Temperatur von 435 °C erste Ausscheidungen erkennbar. Diese gehen auf die HT-Reaktionen zurück und weisen Abmessungen < 2 µm auf. Sie besitzen ebenfalls eine rundliche Morphologie. Bei $T = 395$ °C scheinen die Teilchen etwas angewachsen zu sein. Zusätzlich treten erste Ausscheidungen mit großem Seitenverhältnis in Erscheinung (Pfeile). Bei weiterer Herabsenkung der Temperatur ist keine weitere Vergrößerung der globularen bzw. polygonalen Teilchen erkennbar. Die nadel- bzw. stäbchenförmigen Partikel wachsen hingegen in axialer Richtung. Auch die Anzahl der Teilchen nimmt zu, was zu einer gleichmäßigeren Verteilung der Partikel führt. Die NT-Reaktionen, bei welchen die stäbchenförmigen Teilchen ausgeschieden werden, sind bei 360 °C noch nicht abgeschlossen. Nach Abkühlung auf RT sind die Länge der Teilchen sowie deren Anzahl daher nochmals angestiegen. Die temperaturabhängige Nachverfolgung der Ausscheidungsbildung zeigt somit eindrücklich, dass der HT-Reaktion mehrere µm große polygonale Teilchen und der NT-Reaktion feinere, stäbchenförmig erscheinende Teilchen zugeordnet werden können.

Sowohl die DSC-Ergebnisse als auch die lichtmikroskopischen Aufnahmen weisen darauf hin, dass in Proben, die mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s auf RT gekühlt worden sind, zwei grundsätzlich unterschiedliche Teilchenmorphologien auftreten. An diesem Zustand wurden daher zusätzlich SEM-Untersuchungen durchgeführt. Detailaufnahmen eines Hochtemperatur(HT)-Partikels und von zwei Niedertemperatur(NT)-Partikeln sind in Abbildung 4.32 dargestellt.

Anhand der LM-Aufnahmen wurden für die HT-Partikel in diesem Zustand maximale Abmessungen von wenigen µm abgeschätzt. Die SEM-Abbildung bestätigt diese Erkenntnis und zeigt zudem die polygonale Form dieser Ausscheidungen. Die Aufnahmen der NT-Partikel verdeutlichen Längen von wenigen µm und laterale Abmessungen im Bereich von 50 – 100 nm. Interessanterweise konnten an verschiedenen NT-Partikeln weitere Partikel beobachtet werden, die auf der Längsachse der stäbchenförmigen Ausscheidungen positioniert sind. In LM-Aufnahmen waren diese Partikel, aufgrund ihrer kleinen Abmessungen nicht zu erkennen.

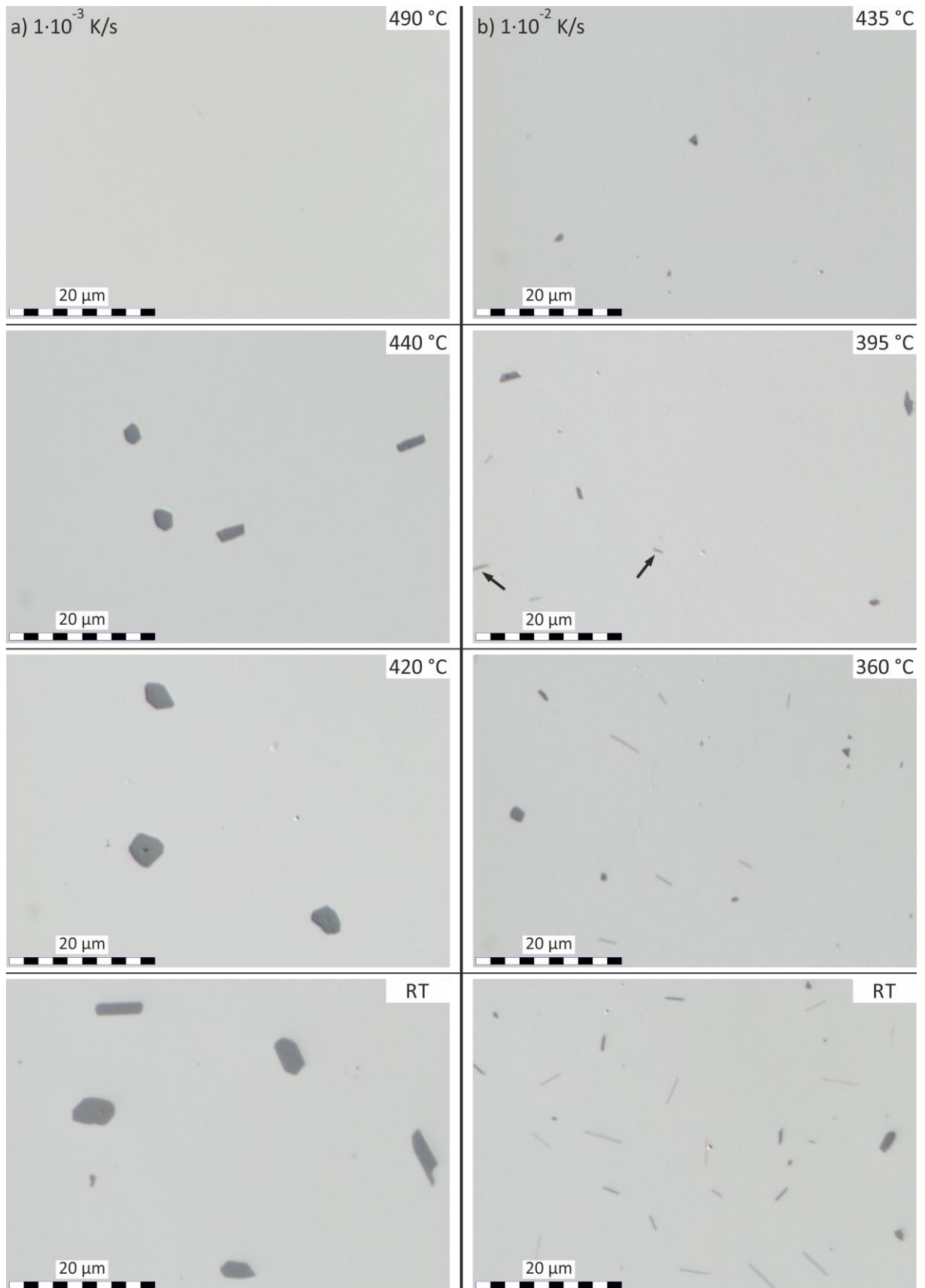


Abbildung 4.31: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in $\text{AlSi}_{0,7}$ bei Abkühlung mit zwei verschiedenen Abkühlraten in Abhängigkeit der Temperatur. Die Proben wurden mit entsprechender Abkühlrate auf die angegebenen Temperaturen gekühlt und anschließend überkritisch auf RT abgeschreckt.

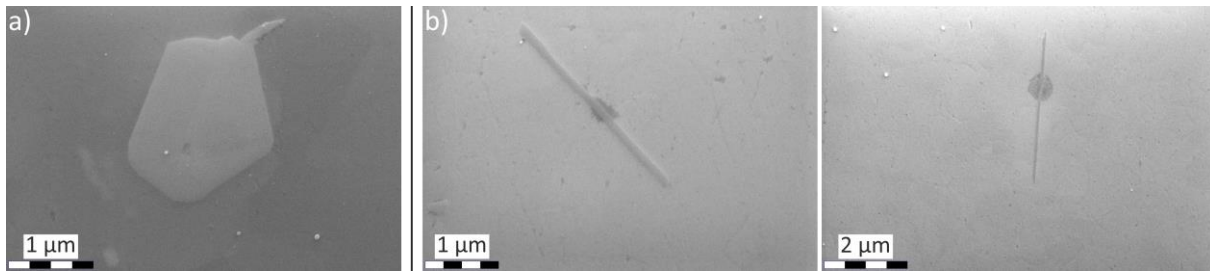


Abbildung 4.32: SEM-Aufnahmen von Ausscheidungen unterschiedlicher Morphologie in AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s.

- a) HT-Partikel
- b) NT-Partikel

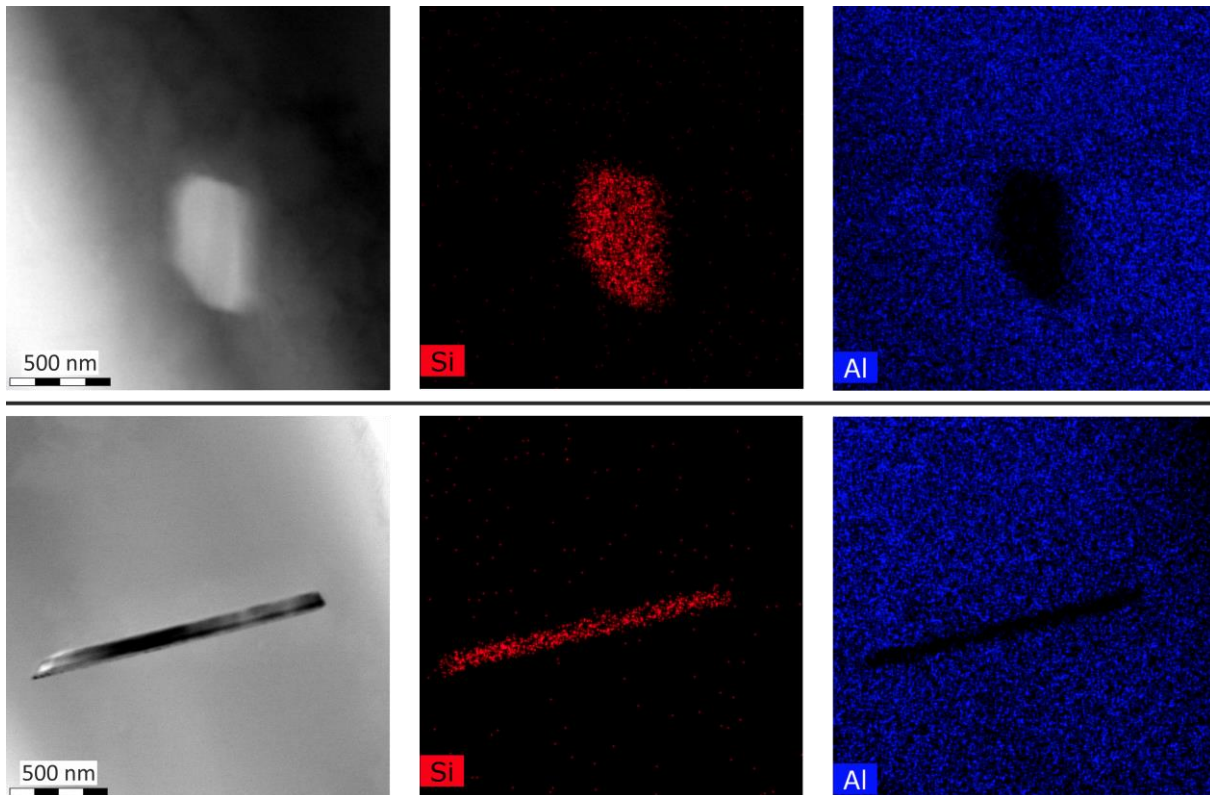


Abbildung 4.33: BF-STEM-Aufnahmen sowie zugehörige Elementverteilungsbilder (EDX) von Ausscheidungen unterschiedlicher Morphologie in AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s.

Abbildung 4.33 zeigt mittels Rastertransmissionselektronenmikroskopie aufgenommene Hellfeldabbildungen (BF-STEM) zweier Partikel mit unterschiedlicher Morphologie im selben Werkstoffzustand ($\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s). Darüber hinaus sind Elementverteilungsbilder (EDX-mapping) der identischen Bildbereiche dargestellt. Aus den EDX-Analysen geht eindeutig die Al-reiche Matrix hervor, die jeweils den größten Bereich der Bildausschnitte ausmacht. Das Ergebnis weist außerdem darauf hin, dass beide Partikel reich an Si sind. Nennenswerte Konzentrationen anderer Elemente konnten nicht nachgewiesen werden.

Weiterführende TEM-Untersuchungen wurden an Proben vorgenommen, die mit einer Rate von $\dot{T}_K = 0,1$ K/s auf RT abgekühlt worden sind (NT-Reaktion a_2 dominiert). Auch in diesem Zustand traten Teilchen unterschiedlicher Größe und Morphologie auf. Auffällig war jeweils, dass die Partikel bei der Dünnung während der Probenpräparation weniger stark angegriffen

werden als der sie umgebende α -MK. Häufig stehen die Teilchen daher aus der Probenebene der Matrix hervor. Um detailliertere Erkenntnisse zur Morphologie der unterschiedlichen Partikel zu erhalten, wurden vergrößerte Abbildungen einzelner Teilchen erzeugt. Für eine bessere Beurteilung der Teilchenform wurde zudem die Möglichkeit ausgenutzt, die Partikel aus unterschiedlichen Orientierungen zu betrachten, was durch Probenkipfung gelingt. Abbildung 4.34 zeigt BF-Aufnahmen einer zunächst nadelförmig erscheinenden Ausscheidung in unterschiedlicher Orientierung, wobei die Kippung um -40° bzw. $+40^\circ$ um die (scheinbare) Längsachse des Partikels erfolgte. Durch die Betrachtung des Teilchens aus zwei weiteren Richtungen wird ersichtlich, dass die nadel- bzw. stäbchenförmig erscheinende Ausscheidung tatsächlich eine plattenartige Form aufweist. Diese Erkenntnis wurde durch identische Untersuchungen an weiteren Partikeln bestätigt. Es kann somit festgehalten werden, dass bei den NT-Reaktionen während der Abkühlung vom Lösungsglühen keine nadelförmigen, sondern plattenförmige Ausscheidungen mit polygonaler (häufig hexagonaler) Form gebildet werden. Die Dicke dieser Platten liegt im Bereich von 50 – 100 nm.

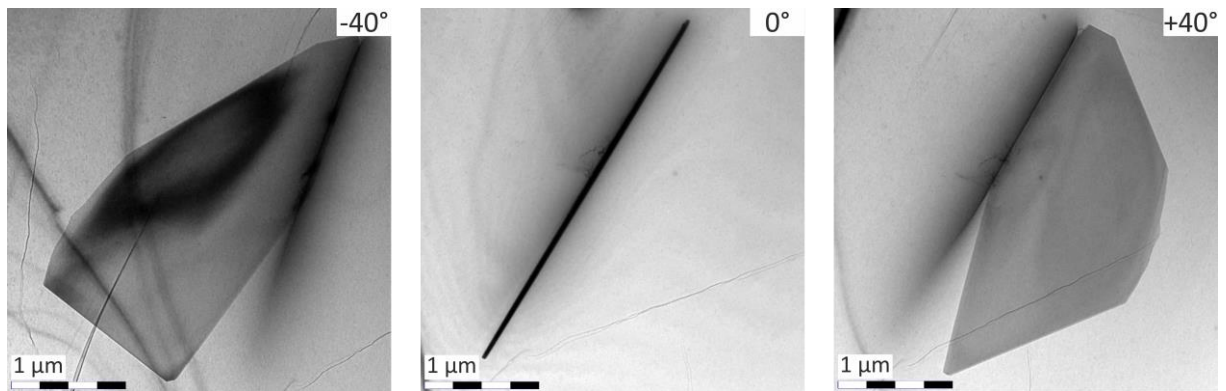


Abbildung 4.34: BF-TEM-Aufnahmen einer Ausscheidung in AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s. Die Aufnahmen zeigen einen Vergleich zwischen drei verschiedenen Einfallswinkeln des Elektronenstrahles, wobei die Kippung um die Längsachse des Partikels erfolgte.

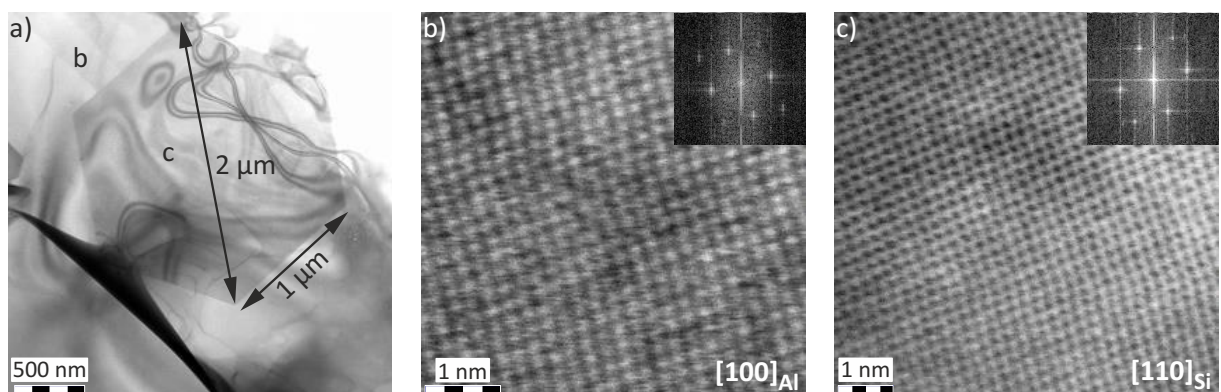


Abbildung 4.35: BF-STEM-Aufnahme einer Si-Ausscheidung in AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.

- a) Übersichtsaufnahme von Al-Matrix und hexagonaler Si-Ausscheidung
- b) Hochauflösende Aufnahme der Al-Matrix (b) mit zugehörigem Beugungsmuster
- c) Hochauflösende Aufnahme der Si-Ausscheidung (c) mit zugehörigem Beugungsmuster

Ein weiteres Indiz für die plattenförmige Morphologie mit geringer Dicke liefern die BF-STEM-Aufnahmen in Abbildung 4.35. Dargestellt ist ein hexagonales Teilchen (Abbildung 4.35 a) mit einer Kantenlänge von etwa 1 μm . Der Durchmesser des Umkreises bzw. die Länge der Diagonalen dieser Ausscheidung entspricht somit ungefähr 2 μm . Abbildung 4.35 b zeigt einen hochaufgelösten Bereich, der ausschließlich Al-reiche Matrix repräsentiert. Anhand des charakteristischen punktförmigen Beugungsmusters für kfz-Strukturen wird deutlich, dass die Einstrahlrichtung $[100]_{\text{Al}}$ beträgt. Auch für den Bereich der Ausscheidung ist eine hochauflösende BF-STEM-Aufnahme gelungen, was auf eine geringe Dicke des Teilchens hindeutet. Eine Beugungsaufnahme dieses Bereichs weist auf eine kubische Diamantstruktur mit der Zonenachse $[110]$ hin. Bei der Ausscheidung handelt es sich demnach mit großer Wahrscheinlichkeit um reines Si, welches in der bekannten Kristallstruktur vorliegt. Da die Einfallsrichtung des Elektronenstrahles nicht variiert worden ist, kann geschlussfolgert werden, dass $[100]_{\text{Al}} \parallel [110]_{\text{Si}}$ und die Al-reiche Matrix somit eine parallele Zonenachse zum Si-Partikel aufweist.

Zusätzliche Informationen zur chemischen Zusammensetzung verschiedener Partikel wurden anhand von EDX-Punktanalysen und EDX-linescans gewonnen. Die Resultate für zwei verschiedene Ausscheidungen fasst Abbildung 4.36 zusammen. Die genauen Positionen sowie die Ergebnisse der EDX-Punktanalysen sind jeweils in den STEM-Aufnahmen der Partikel gekennzeichnet. In den Abbildungen sind zusätzlich die Orientierungen und Richtungen der durchgeführten EDX-linescans eingezeichnet. Vergrößerte Abbildungen der gescannten Probenbereiche sind jeweils auf der rechten Seite dargestellt und den zugehörigen Intensitätsverläufen für Al und Si gegenübergestellt. Andere Elemente zeigten keine signifikanten Peaks und kommen somit nicht in nennenswerter Konzentration vor. Die Intensität (counts) der EDX-Signale sind von verschiedenen Parametern (z. B. Messdauer, Probendicke) abhängig. Die Intensitäten werden für einen besseren Vergleich der einzelnen Probenbereiche daher normiert von 0 bis 1 dargestellt.

Mit den EDX-Punktanalysen konnten nennenswerte Konzentrationen ebenfalls lediglich von Al und Si nachgewiesen werden. Die EDX-Messungen zeigen einen Si-Anteil von 88 at.% (a) bzw. 94 at.% (b). Aufgrund der sehr hohen Si-Konzentration in den Partikeln lässt sich schlussfolgern, dass es sich um reines Si handelt. Hierauf deuten auch die EDX-linescans hin. In Bereichen, welche die Matrix repräsentieren, ist die gemessene Intensität für Al hoch, während keine nennenswerte Si-Konzentration nachzuweisen ist. Mit Erreichen der Grenzfläche Matrix/Partikel, fällt die Al-Konzentration rasch ab. Die gemessene Intensität für Si steigt hingegen schlagartig an und bleibt über die gesamte Partikelbreite auf hohem Niveau.

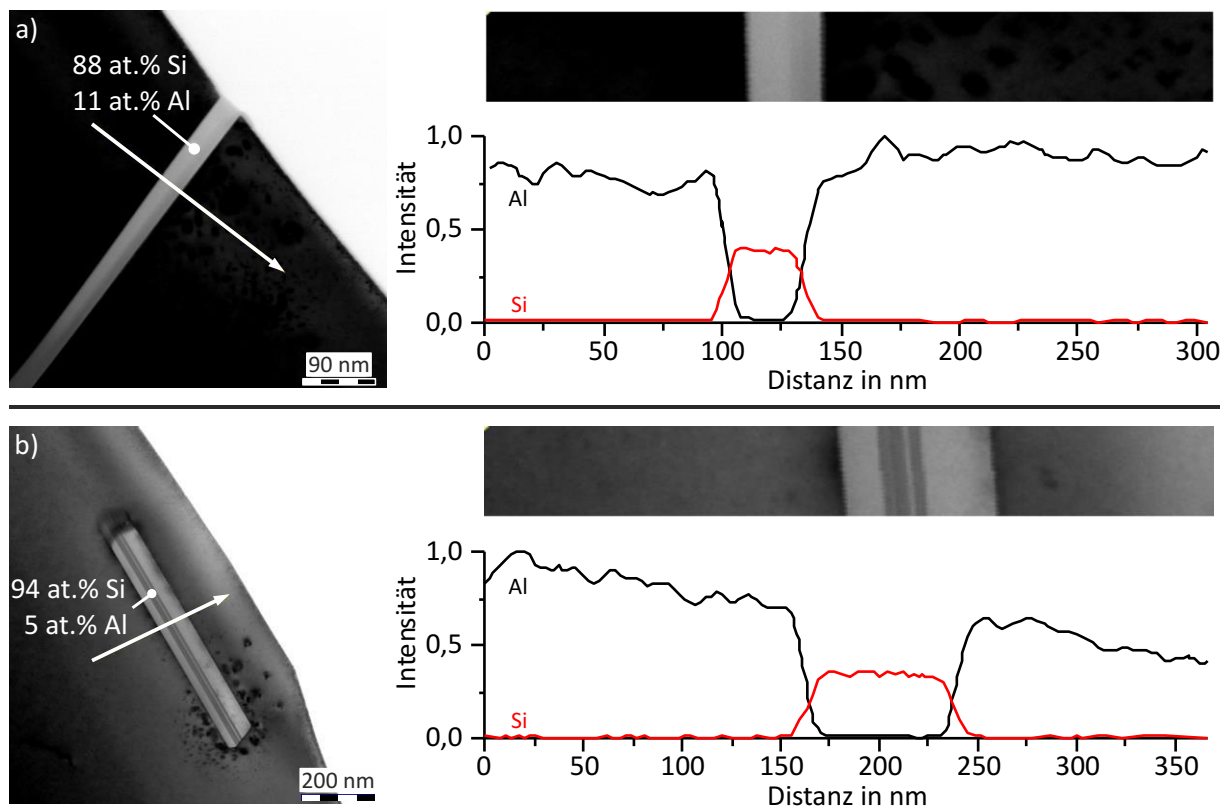


Abbildung 4.36: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen und EDX-linescans für zwei verschiedene Ausscheidungen in AlSi_{0,7} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.

Erst bei erneutem Erreichen der Grenzfläche Partikel/Matrix fällt die Si-Intensität wieder auf den äußerst niedrigen Ausgangswert ab, während im Bereich der Matrix erneut Al nachzuweisen ist. Die schwankende Intensität im Bereich der Matrix deutet nochmals auf geringe Unterschiede der Probendicke hin.

Die Erkenntnis, dass stets reines Si in kd-Struktur ausgeschieden wird, bestätigte sich zusätzlich durch Kristallstrukturuntersuchungen mittels Feinbereichselektronenbeugung (SAED). Abbildung 4.37 zeigt Bildausschnitte mit unterschiedlichen Ausscheidungspartikeln sowie die zugehörigen Beugungsdiagramme mit der Einstrahlrichtung $[001]_{Al}$. Durch die Punktdiagramme wird zunächst deutlich, dass im erfassten Bereich einzelne Kristalle vorliegen, welche zudem über die gesamte Probendicke reichen. Durch Indizierung der Beugungsreflexe mit Miller'schen Indizes, d. h. durch Kennzeichnung der sie hervorruhenden Kristallebenen, wird deutlich, dass sich die Punktdiagramme für zwei Bildausschnitte (Abbildung 4.37 a und b) aus einer Überlagerung von kfz-Gitterstruktur (Al-Matrix) und kd-Gitterstruktur (Si-Partikel) ergeben. Die zugehörigen Beugungsreflexe von Al und Si sind farblich gekennzeichnet. Für das Teilchen in Abbildung 4.37 a sind die Zonenachsen $[001]_{Al}$ und $[001]_{Si}$ nahezu parallel, d. h. $[001]_{Al} \parallel [001]_{Si}$. Ein Vektor vom (000)-Reflex zu einem (hkl)-Reflex im Beugungsbild steht senkrecht auf den (hkl)-Netzebenen des entsprechenden Kristalls, welche den Reflex (hkl) hervorrufen. Somit wird deutlich, dass zwischen dem Si-Partikel und der Al-Matrix die Orientierungsbeziehungen $(010)_{Al} \parallel (010)_{Si}$ und $(110)_{Al} \parallel (110)_{Si}$ bestehen.

Die Abstände der Beugungsreflexe sind proportional zu den reziproken Netzebenenabständen. Der Maßstabsbalken in den Beugungsdiagrammen von Abbildung 4.37 entspricht daher einer reziproken Längeneinheit. Durch Vermessung der Beugungsmuster können die Netzebenenabstände d_{hkl} unter Berücksichtigung einer gerätespezifischen Konstante (Produkt aus Kameralänge und Wellenlänge) bestimmt werden. Die theoretischen Werte für verschiedene Netzebenenabstände können aus den Gitterkonstanten von Al ($a_{Al} = 0,40496$ nm [6]) und Si ($a_{Si} = 0,5428$ nm [9]) abgeleitet werden. Es sei darauf hingewiesen, dass sich die Gitterkonstante von Al durch gelöstes Si etwas verringert. Nach [9] beträgt die Gitterkonstante bei 1 at.% Si in Lösung noch $a_{Al} = 0,40478$ nm. Auch Hatch [5] und Hunsicker [204] geben eine kleine Verringerung um $\Delta a_{Al} = -0,00018$ nm pro at.% Si an. Aufgrund des geringen Lösungsgehaltes in den untersuchten Zuständen wird auf eine Unterscheidung zu reinem Al verzichtet. Die gemessenen Werte für einige Netzebenenabstände d_{hkl} der Aufnahmen aus Abbildung 4.37 (a, b) sind in Tabelle 4.3 den theoretischen Werten für das kfz-Gitter und das kd-Gitter gegenübergestellt. Die experimentell bestimmten Werte liegen in guter Übereinstimmung und bestätigen somit das Vorliegen beider Gitterstrukturen. Die Aufnahmen zeigen somit reine Si-Partikel mit kubischer Diamantstruktur, welche von der Al-reichen Matrix umgeben sind.

Tabelle 4.3: Vergleich gemessener und theoretischer Netzebenenabstände d_{hkl} vom kfz-Gitter (Al) und kd-Gitter (Si) für die zwei Beugungsaufnahmen aus Abbildung 4.37 a und b.

Bereich	d_{hkl} in nm			
	$(200)_{Al}$	$(220)_{Al}$	$(220)_{Si}$	$(400)_{Si}$
theoretisch	0,2025	0,1432	0,1919	0,1357
Abbildung 4.37 a	0,1919	0,1349	0,2016	0,1436
Abbildung 4.37 b	0,2030	0,1434	0,1912	-

b) Korngrößenentwicklung

Die Legierungen AlSi0,25 und AlSi0,7 lagen ebenso wie Reinaluminium Al4N und die binären Al-Mg-Legierungen als kaltgewalzte Bleche vor. Im AZ konnten daher erneut nur im Querschliff mittlere Korndurchmesser ermittelt werden (Tabelle 4.4). Sowohl im Längsschliff als auch im Flachschliff war die Bestimmung aufgrund der großen Ausdehnungen in Walzrichtung mit den angewandten metallografischen Methoden nicht möglich. Metallografische Schliffbilder unterschiedlicher Orientierungen sind in Abbildung 4.38 am Beispiel der Legierung AlSi0,25 für die verschiedenen Wärmebehandlungszustände dargestellt. Eine Lösungsglühung mit nachfolgender Abkühlung auf RT (LG-H₂O bzw. LG-KO) führt zu vollständiger Rekristallisation, sodass sich nach der Wärmebehandlung eine gleichmäßigere Größenverteilung in allen drei untersuchten Schliffebenen einstellt. Ein signifikanter Einfluss des Si-Gehaltes und der Abkühlbedingungen konnte nicht nachgewiesen werden. Für beide Wärmebehandlungszustände (LG-H₂O und LG-KO) ergeben sich in den zwei Legierungen sehr ähnliche Kornabmessungen in allen Schlifflagen. Wie aus Tabelle 4.4 hervorgeht, liegen die mittleren Korndurchmesser im Bereich von $d_K = 400 - 500$ µm.

Tabelle 4.4: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Al-Si-Legierungen für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliffebene.

mittlerer Korndurchmesser d_k in μm			
AlSi0,25			
Schliffebene	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	330	420	460
L-N (Längsschliff)	-	390	560
L-T (Flachschliff)	-	450	500
AlSi0,7			
Schliffebene	AZ	LG-H ₂ O	LG-KO
T-N (Querschliff)	600	500	490
L-N (Längsschliff)	-	560	450
L-T (Flachschliff)	-	530	500

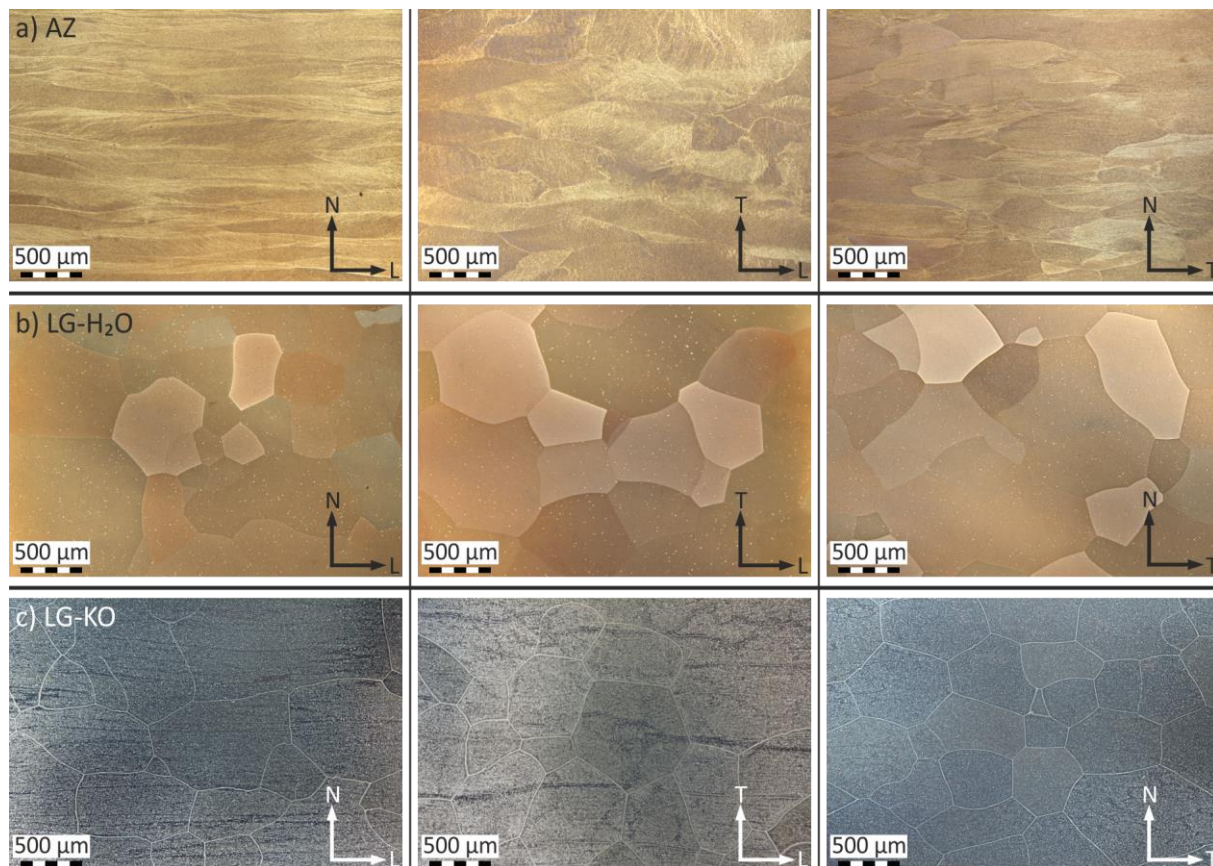
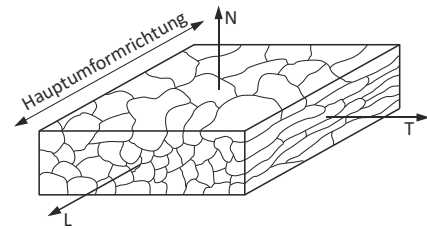


Abbildung 4.38: Metallografische Schliffbilder der Legierung AlSi0,25 für verschiedene Wärmebehandlungszustände (a, b, c) sowie unterschiedliche Schliffebene.

4.3.2 Modellierung des Ausscheidungsverhaltens

Die Kombination aus DSC-Analysen und metallografischen Untersuchungen können Aufschluss über die beim Abkühlen ablaufenden Phasenumwandlungsreaktionen geben. Da jedoch nur diskrete Werkstoffzustände untersucht werden können, lassen sich aus den Experimenten keine direkten Beziehungen über die zeit- und temperaturabhängige Mikrostrukturentwicklung ableiten. Mit den bekannten Ansätzen und Modellvorstellungen zu Festphasenumwandlungen in Aluminiumlegierungen (siehe Kapitel 2.1.4) wurde daher versucht, die beim Abkühlen vom Lösungsglühen gemessenen Enthalpieänderungen heranzuziehen, um die Mikrostrukturentwicklung während des Kühlprozesses analytisch zu beschreiben. Im Vordergrund standen dabei die Ermittlung des Lösungsgehaltes des α -MK sowie des Anteils ausgeschiedener Si-Teilchen in Abhängigkeit von der Abkühlrate und der Temperatur.

Ziel der Modellierung war es nicht, allgemeingültige Festlegungen für Modellparameter (Avrami-Exponent, Impingementfaktor, etc.) herzuleiten, sondern die experimentell ermittelten Daten unter Berücksichtigung physikalischer Randbedingungen aus bereits entwickelten Modellen analytisch zu beschreiben. Dadurch sollte der Einfluss von Wärmebehandlungsparametern (z. B. Abkühlgeschwindigkeit, Temperatur) auf die Mikrostrukturentwicklung des Werkstoffes nachvollzogen werden. Eine Modellierung des Ausscheidungsverhaltens erlaubt zudem die Festlegung von Wärmebehandlungsparametern, um durch gezielte Prozessführungen definierte Mikrostrukturzustände einzustellen.

Als Basis für eine derartige Modellierung diente die aus der QFA hergeleitete Formulierung nach Gleichung 2.13, mit welcher sich die gelöste Fremdatomkonzentration nach dem Abkühlen vom Lösungsglühen als Funktion des Quench-Factors Q_F berechnen lässt. Die in dieser Arbeit vorgenommenen Abkühlversuche zur Bestimmung der Ausscheidungskinetik wurden mit konstanten Abkühlgeschwindigkeiten durchgeführt (vgl. Abbildung 3.1). Unter dieser Voraussetzung ist Q_F proportional zur Abkühldauer. Da zwischen der Abkühldauer und der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K wiederum eine lineare Beziehung besteht, ist Q_F ebenfalls proportional zu $1/\dot{T}_K$. Der Parameter c_K aus Gleichung 2.13 beschreibt die gelöste Fremdatomkonzentration nach dem Abkühlprozess. Er steht in direktem Zusammenhang zur gemessenen Enthalpieänderung Δh_K nach vollständiger Abkühlung auf RT und wird für die Modellierung durch diese ersetzt. Der Wert $c_{\min(T)}$ beschreibt die Gleichgewichtslöslichkeit eines Elementes in Abhängigkeit der Temperatur. Der Parameter ist deshalb proportional zum Betrag der maximal möglichen Enthalpieänderung $\Delta h_{K_{\max}|T'}$, welche bei Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen bis zu der Temperatur T hervorgerufen wird. Erfolgt eine sehr langsame, gleichgewichtsnahe Abkühlung bis auf RT, so resultiert daraus eine Enthalpieänderung $\Delta h_{K_{\max}}$. Dieser Parameter geht ebenfalls in die Modellierung ein und ersetzt die Gleichgewichtslöslichkeit bei RT $c_{\min|RT'}$, mit welcher er in direkter Verbindung steht. In Gleichung 2.13 gibt $c_{\max(T)}$ die maximal gelöste Fremdatomkonzentration nach dem Lösungsglühen bei einer Temperatur T an. Erfolgt nach dem Lösungsglühen eine überkritische Abschreckung, so liegt diese maximale Fremdatomkonzentration auch nach Abkühlung auf RT

vor, welche mit $c_{\max|_{RT}}$ bzw. c_{K_max} bezeichnet werden kann. Dieser Parameter lässt sich nun durch die minimal mögliche Enthalpieänderung ersetzen, welche im Fall überkritischer Abkühlung und somit dann auftritt, wenn keine Phasenumwandlungen stattfinden. Es wird ersichtlich, dass die minimale Enthalpieänderung, aus welcher die maximale Übersättigung des MK bei RT resultiert, null ist und somit in der Modellierung nicht berücksichtigt werden muss. Nach Substitution aller genannten Parameter und Umstellung der Gleichung erhält man einen Modellansatz, mit dem sich die Enthalpieänderungen Δh_K in Abhängigkeit der Kühlgeschwindigkeit \dot{T}_K ausdrücken lassen:

$$|\Delta h_K(\dot{T}_K)| = |\Delta h_{K_max}| - |\Delta h_{K_max}| \left[\frac{\left(\frac{k_M}{\dot{T}_K} \right)^n}{\eta_i} + 1 \right]^{-\eta_i} \quad (\text{Gleichung 4.1}).$$

Da die durch Ausscheidungsbildung hervorgerufenen Enthalpieänderungen negativ sind, werden für die Formulierung erneut die Beträge herangezogen. Die Parameter n und η_i stellen weiterhin den Avrami-Exponenten bzw. den Impingementfaktor dar, der Parameter k_M ist legierungsabhängig. Die Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K wird für die Modellierung als positive Größe definiert.

Die Enthalpieänderungen Δh_K wurden in Abhängigkeit der Kühlrate für beide Al-Si-Legierungen experimentell mittels DSC-Messungen bestimmt (Abbildung 4.26). Der Modellansatz kann somit genutzt werden, um die Abhängigkeit der Enthalpieänderungen von \dot{T}_K analytisch zu beschreiben. Hierzu müssen die Parameter k_M , n und η_i gefittet oder anderweitig bestimmt werden. In Kapitel 2.1.4 wurde beschrieben, dass sich ein Avrami-Exponent von $n = 1,5$ ergibt, sofern Keimbildungsprozesse nur zu Beginn des Umwandlungsprozesses erfolgen (site saturation). Dieser Fall ergibt sich beispielsweise, wenn Dispersoide oder grobe intermetallische Phasen im Gefüge vorliegen, an denen heterogene Keimbildung der Ausscheidungsphasen erfolgt. Aufgrund der hohen Reinheit der Modelllegierungen sind keine Primär- und Dispersoidphasen vorhanden. Dies konnte mit den durchgeführten metallografischen Untersuchungen bestätigt werden (Abbildung 4.27: $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$). Daher wird angenommen, dass die Keimbildung in den untersuchten Al-Si-Legierungen überwiegend homogen in den MK-Körnern erfolgt. Da somit scheinbar kontinuierliche Keimbildung über den Verlauf der Reaktion stattfindet, wird für die Modellierung ein Wert von $n = 2,5$ angenommen (vgl. Gleichung 2.7). Angaben zur Größe des Impingementfaktors schwanken in der Literatur. Die Beschreibung einer einzelnen Umwandlungsreaktion durch die Modellierung gelingt typischerweise mit Werten von $\eta_i = 0,6 - 3$ [74,79,158,205]. Die DSC-Ergebnisse an AlSi0,7 deuten jedoch darauf hin, dass während der Abkühlung mehrere Prozesse (HT-/NT-Reaktionen) über einen großen Temperaturbereich ablaufen (Abbildung 4.22). Der Impingementfaktor geht daher als Fit-Parameter in die Modellierung ein. Der Parameter k_M wird ebenfalls durch die angepasste Fit-Funktion nach Gleichung 4.1 bestimmt.

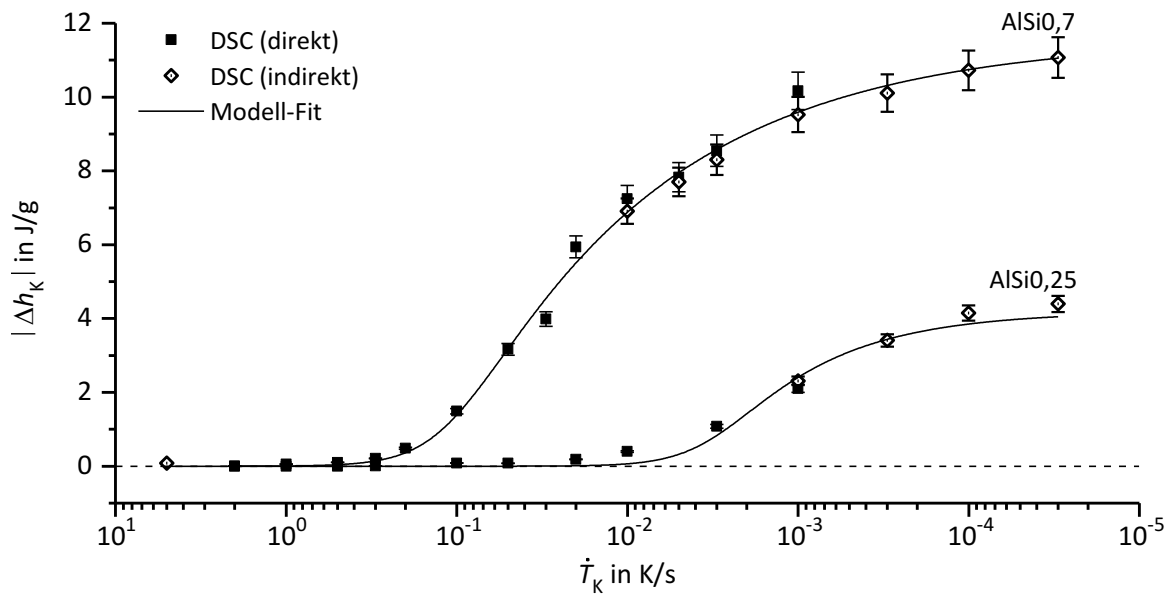


Abbildung 4.39: Messwerte der spezifischen Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit und gefitteter Funktionsverlauf nach Gleichung 4.1.

Der resultierende Funktionsverlauf der Modellierung ist gemeinsam mit den zugrunde liegenden DSC-Daten in Abbildung 4.39 dargestellt. Wie sich zeigt, bildet der Fit die gemessenen Enthalpiewerte für beide Legierungen über den gesamten Kühlgeschwindigkeitsbereich nahezu perfekt ab (s. a. [202]).

Für die maximal mögliche Enthalpieänderung, d. h. für den Sättigungswert bei Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen, wurde für Legierung AlSi0,7 $|\Delta h_{K_{\max}}| = 11,6 \text{ J/g}$ bestimmt. Für die Legierung AlSi0,25 ist $|\Delta h_{K_{\max}}|$ hingegen nicht gefittet worden. Aufgrund der schwachen Reaktionsintensitäten in diesem Werkstoff und der damit verbundenen unsicheren Datenauswertung der DSC-Versuche wurde $|\Delta h_{K_{\max}}|$ für die Bestimmung des Funktionsverlaufes festgesetzt. Die maximal mögliche Enthalpieänderung ist proportional zum Si-Gehalt in Lösung, sodass das Verhältnis der Si-Gehalte beider Werkstoffe für die Festlegung ausgenutzt werden kann. Wenn die Ausscheidung eines Massenanteils von 0,72 % (AlSi0,7) demnach eine spezifische Enthalpieänderung von $|\Delta h_{K_{\max}}| = 11,6 \text{ J/g}$ hervorruft, so ergibt sich bei vollständiger Ausscheidung des gelösten Si-Anteils von 0,26 ma.% (AlSi0,25) ein Maximalwert der Enthalpieänderung von $|\Delta h_{K_{\max}}| = 4,2 \text{ J/g}$. Tabelle 4.5 stellt die Ergebnisse der Modellierung nochmals zusammenfassend dar. Parameter, welche vor Durchführung der Kurvenfits festgelegt worden sind, d. h. während des Fits konstant sind, werden dabei fett dargestellt.

Tabelle 4.5: Ergebnisgrößen der gefitteten Funktionsverläufe für alle Parameter des Modellansatzes. Vor Durchführung der Kurvenfits festgelegte Werte (= konst.) sind fett dargestellt.

Legierung	$ \Delta h_{K_{\max}} \text{ (J/g)}$	$k_M \text{ (K/s)}$	η_i	n
AlSi0,25	4,2	$0,002 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$0,292 \pm 0,051$	2,5
AlSi0,7	$11,6 \pm 0,3$	$0,053 \pm 0,004$	$0,148 \pm 0,013$	2,5

Mit dem erarbeiteten Modellierungsansatz ist es somit möglich, die Abhängigkeit ablaufender Umwandlungsprozesse von der Abkühlgeschwindigkeit in den Al-Si-Legierungen analytisch zu beschreiben. Da die Enthalpieänderung in direktem Zusammenhang zum Massen- bzw. Volumenanteil ausgeschiedener Partikel (hier: reines Si) und somit zum verbleibenden Lösungsgehalt steht (siehe z. B. [66,158]), kann folgende Gleichung zur Berechnung des gelösten Si während der Abkühlung herangezogen werden:

$$c_{|T_K}(\dot{T}_K) = \left(c_{\max|T_{LG}} - c_{\min|RT} \right) \left(1 - \frac{|\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K)|}{|\Delta h_{K_max}|} \right) + c_{\min|RT} \quad (\text{Gleichung 4.2}).$$

Die berechnete Größe $c_{|T_K}(\dot{T}_K)$ beschreibt die Fremdatomkonzentration nach Abkühlung auf eine bestimmte Temperatur T_K mit der Kühlgeschwindigkeit \dot{T}_K . Die maximale Übersättigung des MK ergibt sich aus der Differenz der Fremdatomkonzentration des MK nach Lösungsglühlung $c_{\max|T_{LG}}$ und der Gleichgewichtslöslichkeit bei RT $c_{\min|RT}$. Mit dem Verhältnis der Enthalpieänderung $|\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K)|$ beim Abkühlen auf Temperatur T_K und der maximal möglichen Enthalpieänderung $|\Delta h_{K_max}|$ nach Abkühlung auf RT kann die Übersättigung skaliert werden. Findet beispielsweise eine überkritische Abkühlung mit $|\Delta h_{|RT}(\dot{T}_K)| = |\Delta h_K(\dot{T}_K)| = 0$ statt, resultiert daraus eine vollständige Übersättigung. Laufen hingegen Ausscheidungsreaktionen mit $|\Delta h_{|RT}(\dot{T}_K)| > 0$ ab, so reduziert sich die Übersättigung entsprechend der Reaktionsintensität, welche wiederum von \dot{T}_K abhängt. Die Gleichgewichtslöslichkeit bei RT $c_{\min|RT}$ liegt auch nach Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen vor und geht somit stets als additiver Term in die Gleichung ein.

Die Werte für $c_{\max|T_{LG}}$ und $c_{\min|RT}$ können den Phasengleichgewichtsdiagrammen entnommen werden. Die maximale Enthalpieänderung Δh_{K_max} ist ebenfalls bekannt, da sie durch Modellierung der DSC-Ergebnisse ermittelt wurde (Tabelle 4.5). Für die Berechnung des gelösten Fremdatomanteils bedarf es daher lediglich der Kenntnis von $\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K)$. Auch dieser Enthalpiewert kann direkt aus den DSC-Ergebnissen hergeleitet werden. Diese spezifische Enthalpieänderung, welche sich bei Abkühlung mit der Rate \dot{T}_K bis zu der Temperatur T_K ergibt, kann durch Integration der spezifischen Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p nach Gleichung 3.5 (Kapitel 3.2) über ein eingeschränktes Temperaturintervall berechnet werden:

$$\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K) = \int_{T_K}^{T_{LG}} \Delta c_p(\dot{T}_K) dT \quad (\text{Gleichung 4.3}).$$

Die Integrationsgrenzen sind somit die Lösungsglühtemperatur T_{LG} und die Temperatur T_K . Reaktionen, die bei Temperaturen $T < T_K$ ablaufen, gehen in diese Enthalpieberechnung somit nicht ein. Die Enthalpieänderung $|\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K)|$ kann für beide Al-Si-Legierungen auch den Diagrammen in Abbildung 4.21 b und Abbildung 4.22 b entnommen werden. Dort wurden die temperaturabhängigen Enthalpieverläufe für einige untersuchte Kühlgeschwindigkeiten aufgetragen, sodass die Entwicklung der Enthalpiedifferenz während des gesamten Kühlvorganges nachvollzogen werden kann.

Auf Grundlage der experimentell bestimmten Enthalpieänderungen kann mit dem Ansatz nach Gleichung 4.2 die Übersättigung und somit der verbleibende Lösungsgehalt an Fremdatomen in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit berechnet werden. Für das Legierungssystem Al-Si lässt sich die Gleichung weiter vereinfachen, da die Gleichgewichtslöslichkeit von Si im Al-Gitter vernachlässigbar klein ist. Somit gilt $c_{\min|RT} \approx 0$ und der Modellansatz vereinfacht sich zu [202,203]:

$$c_{|T_K}(\dot{T}_K) = c_{\max|T_{LG}} \left(1 - \frac{|\Delta h_{|T_K}(\dot{T}_K)|}{|\Delta h_{K_max}|} \right) \quad (\text{Gleichung 4.4}).$$

Die Abhängigkeit zwischen der Enthalpieänderung $|\Delta h|$ beim Abkühlen bzw. der Fremdatomkonzentration des MK (zweite Achse) von Temperatur und Temperaturrate stellt Abbildung 4.40 für beide Al-Si-Legierungen dar. Die temperaturabhängige Betrachtung kann dabei nur auf Grundlage direkter DSC-Messungen erfolgen. Aufgrund der Lösungsglühung bei $T_{LG} = 540^\circ\text{C}$ im Einphasengebiet des α -MK, wird davon ausgegangen, dass sich unmittelbar vor Beginn der Abkühlung jeweils der gesamte Si-Gehalt (0,26 % bzw. 0,72 %) in Lösung befindet. Unabhängig von der Legierung und der Abkühlgeschwindigkeit verbleibt der Si-Anteil zunächst auch während der Abkühlung in Lösung. Erst mit Einsetzen von Ausscheidungsreaktionen, die eine Enthalpieänderung hervorrufen, verringert sich entsprechend auch die Fremdatomkonzentration des MK. Bei Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$ verbleibt in der Legierung AlSi0,25 nach vollständiger Abkühlung auf RT beispielsweise noch ein Massenanteil von etwa 0,23 % Si in Lösung.

Die gelöste Fremdatomkonzentration in AlSi0,7 ändert sich bei gleicher Kühlung wesentlich deutlicher. Von ursprünglichen 0,72 % Si in Lösung verbleiben nach Kühlung mit dieser Rate noch etwa 0,26 % im α -MK gelöst. Wird die Legierung AlSi0,7 mit $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ gekühlt, ist nach der Modellierung nur noch ein gelöster Massenanteil von etwa 0,09 % Si zu erwarten. Für den Werkstoff AlSi0,25 ergibt sich hingegen noch ungefähr 0,14 % gelöstes Si. Dies unterstreicht nochmals die deutlich trägere Ausscheidungskinetik dieser Legierung.

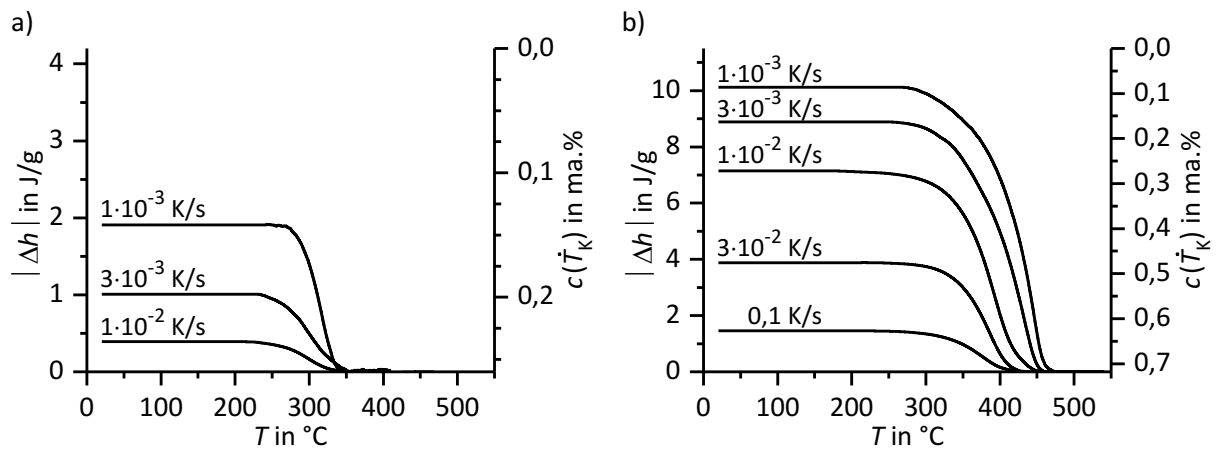


Abbildung 4.40: Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h|$ aus direkten DSC-Messungen und berechneter Si-Gehalt in Lösung $c(\dot{T}_K)$ als Funktion der Temperatur.

a) Legierung AlSi0,25

b) Legierung AlSi0,7

Unter Berücksichtigung der durchgeführten metallografischen Analysen (Kapitel 4.3.1) und der allgemeinen Kenntnisse zum Ausscheidungsverhalten in Al-Si-Legierungen (Kapitel 2.1.3) kann die begründete Annahme getroffen werden, dass lediglich reines Si mit kd-Struktur gebildet wird. Der ausgeschiedene Si-Massenanteil $w_{\text{Si}} (= c_{\text{max}|T_{\text{LG}}} - c)$ kann somit durch Einbeziehung der Dichten von Al ($\rho_{\text{Al}} = 2,70 \text{ g/cm}^3$) und Si ($\rho_{\text{Si}} = 2,33 \text{ g/cm}^3$) direkt in den Ausscheidungsvolumengehalt Φ_{Si} der Si-Teilchen umgerechnet werden¹¹:

$$\Phi_{\text{Si}} = \frac{(w_{\text{Si}} \cdot \rho_{\text{Al}})}{(w_{\text{Si}} \cdot \rho_{\text{Al}} + w_{\text{Al}} \cdot \rho_{\text{Si}})} \cdot 100 \% \quad (\text{Gleichung 4.5}).$$

Durch Anpassung des Modellansatzes kann der Ausscheidungsvolumengehalt ebenfalls in Abhängigkeit der Abkühlrate und der Temperatur direkt aus den Enthalpieänderungen bestimmt werden. Hierzu bedarf es allein der Kenntnis des maximal möglichen Volumenanteils $\Phi_{\text{K_max}}$ von Si-Partikeln nach Abkühlung unter Gleichgewichtsbedingungen, der sich mit Gleichung 4.5 bestimmen lässt. Der Ausscheidungsvolumenanteil ergibt sich dann zu:

$$\Phi_{|T_{\text{K}}}(\dot{T}_{\text{K}}) = \Phi_{\text{K_max}} \left(\frac{|\Delta h_{|T_{\text{K}}}(\dot{T}_{\text{K}})|}{|\Delta h_{\text{K_max}}|} \right) \quad (\text{Gleichung 4.6}).$$

Bei überkritischer Abkühlung gilt $|\Delta h_{|RT}| = |\Delta h_{\text{K}}| = 0$, sodass nach vollständiger Abkühlung auf RT keine Ausscheidungen vorliegen ($\Phi_{|RT} = \Phi_{\text{K}} = 0$). Bei Abkühlung mit $\dot{T}_{\text{K}} < \dot{T}_{\text{krit}}$ nimmt die Enthalpieänderung während der Abkühlung hingegen mit sinkender Kühlrate kontinuierlich zu. Der Ausscheidungsvolumenanteil nähert sich dabei dem maximal möglichen Wert $\Phi_{\text{K_max}}$ an.

4.3.3 Validierung der Modellvorhersagen

Zur Validierung der beschriebenen Modellvorhersagen wurden die modellierten Ergebnisgrößen – zum einen die Fremdatomkonzentration des MK und zum anderen der Ausscheidungsvolumenanteil der Si-Partikel – herangezogen und experimentell bestimmten Messwerten gegenübergestellt. Für die experimentelle Bestimmung wurden Proben mit ausgewählten Werkstoffzuständen, die durch Anwendung der in Kapitel 3.3 beschriebenen Wärmebehandlungen erzeugt worden sind, mit verschiedenen analytischen Verfahren untersucht. Die Modellvalidierung erfolgte dabei überwiegend an der Legierung AlSi0,7. Elektrische Widerstandsmessungen wurden ebenfalls an einigen Zuständen des Werkstoffes AlSi0,25 vorgenommen.

Lichtmikroskopie (quantitative Mikrostrukturanalyse)

Eine quantitative Mikrostrukturanalyse (Kapitel 3.3.1) erfolgte für AlSi0,7 an insgesamt sechs Wärmebehandlungszuständen. Da die Quantifizierung des Ausscheidungsvolumenanteils mittels Lichtmikroskopie erfolgte, wurden Proben untersucht, die nach Lösungsglühung mit langsamen Kühlraten von $\dot{T}_{\text{K}} = 3 \cdot 10^{-5} - 5 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$ vollständig auf RT abgekühlt worden sind.

¹¹ Für eine temperaturabhängige Berechnung von Φ muss die Temperaturabhängigkeit der Dichten $\rho_{\text{Al}}(T)$ sowie $\rho_{\text{Si}}(T)$ berücksichtigt werden.

In diesen Zuständen liegen äußerst grobe Ausscheidungen vor (vgl. Kapitel 4.3.1), die mittels Lichtmikroskopie aufgelöst und auf Basis der Grauwert-Detektion visualisiert werden können. Wie Abbildung 4.41 zeigt, liegen die mit diesem Analyseverfahren bestimmten Werte der Ausscheidungsvolumenanteile Φ_K grundsätzlich etwas über dem bei der Modellierung vorhergesagten kühlratenabhängigen Verlauf. Dies ist vermutlich auf die Binarisierung, d. h. auf die recht subjektive Schwellwertsetzung bei der Grauwert-Detektion, zurückzuführen. Der vorausgesagte Trend eines abnehmenden Volumenanteils mit steigender Rate wird jedoch gut wiedergegeben. Für eine Kühlrate von $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s wurde ein Ausscheidungsvolumenanteil von $\Phi_K = 0,83 \pm 0,13$ % bestimmt, der somit im Bereich des maximal möglichen Volumenanteils $\Phi_{K,max} = 0,83$ % (nach Gleichung 4.5 mit $w_{Si} = 0,72$ %) liegt. Für die schnellste untersuchte Kühlrate von $\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-3}$ K/s wurde ein Wert von $\Phi_K = 0,66 \pm 0,04$ % ermittelt. Die bestimmten Standardabweichungen aus 50 Einzelmessungen sind relativ groß, was insbesondere bei äußerst langsamen Abkühlraten in Erscheinung tritt. Grund hierfür ist die recht ungleichmäßige Verteilung der groben Partikel über das Werkstoffvolumen. In der metallografischen Bewertung ergeben sich dadurch große Schwankungen des Volumenanteils bei Betrachtung der verschiedenen Probenbereiche. Für einige metallografische Aufnahmen werden dabei Werte von $\Phi_K > \Phi_{K,max}$ ermittelt. Bei sehr langsamer Abkühlung kann der Volumenanteil von Si-Partikeln in bestimmten Probenbereichen somit den mittleren im gesamten Probenvolumen maximal möglichen Volumenanteil überschreiten.

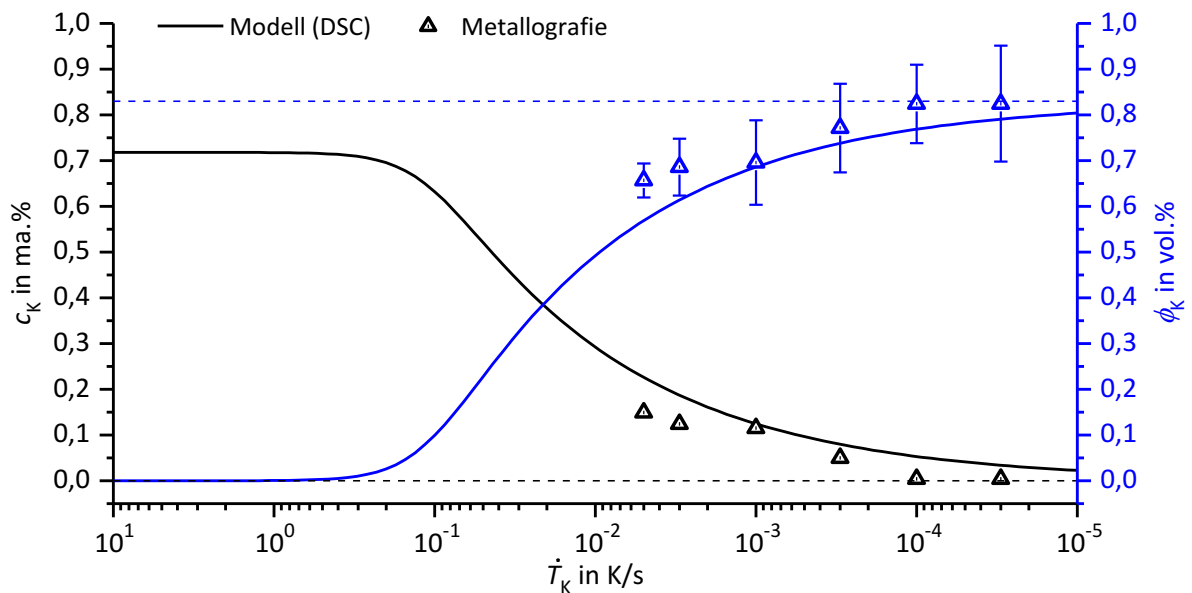


Abbildung 4.41: Modellierte Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte (Metallografie).

Da der Ausscheidungsvolumengehalt Φ_K direkt an den verbleibenden Si-Lösungsgehalt geknüpft ist, können die Mittelwerte von Φ_K für die Berechnung von c_K genutzt werden:

$$c_K = c_{K_max} - \frac{(\Phi_{K(Si)} \cdot \rho_{Si})}{(\Phi_{K(Si)} \cdot \rho_{Si} + \Phi_{K(Al)} \cdot \rho_{Al})} \cdot 100 \% \quad (\text{Gleichung 4.7}).$$

Die berechneten Werte des verbleibenden Lösungsgehaltes in Abhängigkeit der Kühlrate sind ebenfalls in Abbildung 4.41 eingetragen.

Dreidimensionale Atomsondentomografie

Mittels Atomsondentomografie wurde der Si-Lösungsgehalt des α -MK für insgesamt fünf Wärmebehandlungszustände der Legierung AlSi0,7 bestimmt. Messungen wurden an Proben vorgenommen, die nach dem Lösungsglühen mit Kühlraten von $\dot{T}_K = 10^{-4} - 1$ K/s vollständig auf RT abgekühlt worden sind. Wie in Kapitel 3.3.4 beschrieben, müssen APT-Proben spezielle Anforderungen erfüllen, um eine erfolgreiche Messung zu gewährleisten. Abbildung 4.42 zeigt SEM-Aufnahmen einer geeigneten Probe, die mittels zweistufiger Elektropolitur hergestellt worden ist. In Abbildung a ist zu erkennen, dass die Probe spitz zuläuft. Die Probenspitze ist dabei frei von groben Ausscheidungspartikeln. Daher repräsentiert die Probe mit großer Wahrscheinlichkeit lediglich den α -MK, sodass der darin gelöste Si-Gehalt analysiert werden kann. Die Nahaufnahme der Probenspitze in Abbildung b zeigt, dass auch die Anforderungen an die Geometrie erfüllt werden konnten. Der Radius der Kegelspitze ist < 50 nm und der halbe Öffnungswinkel beträgt etwa $9^\circ (= \tan^{-1}\{(139 \text{ nm}/2)/422 \text{ nm}\})$. Durch Prüfung aller APT-Proben mittels SEM konnte sichergestellt werden, dass ausschließlich Proben analysiert werden, welche alle Anforderungen erfüllen.

3D-Rekonstruktionen des α -MK aus Atomsondenmessungen sind für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände in Abbildung 4.43 zusammengestellt. Die Rekonstruktionen geben dabei die ermittelten Positionen von Al- und Si-Atomen im untersuchten Probenvolumen wieder. Die Si-Atome sind dabei jeweils hervorgehoben. Es ist deutlich zu erkennen, dass der Si-Gehalt mit ansteigender Abkühlgeschwindigkeit zunimmt. Die Si-Atome sind dabei in allen Zuständen sehr homogen verteilt. Eine Clusterbildung von Si-Atomen konnte auch in anderen Versuchen/Proben nicht beobachtet werden. Es ist somit davon auszugehen, dass alle Si-Atome im untersuchten Probenvolumen in Lösung vorliegen und somit der Si-Gehalt des MK bestimmt wird.

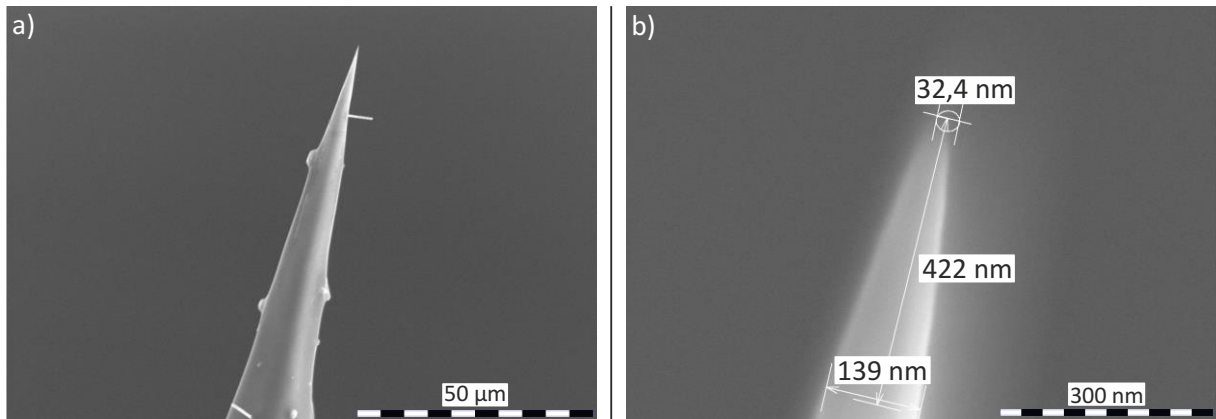


Abbildung 4.42: SEM-Aufnahmen zur Beurteilung der Probeneignung für Atomsondentomografie.

- a) Übersichtsaufnahme einer geeigneten, spitz zulaufenden Probe
b) Nahaufnahme der Probe mit Abmessungen der Probenspitze

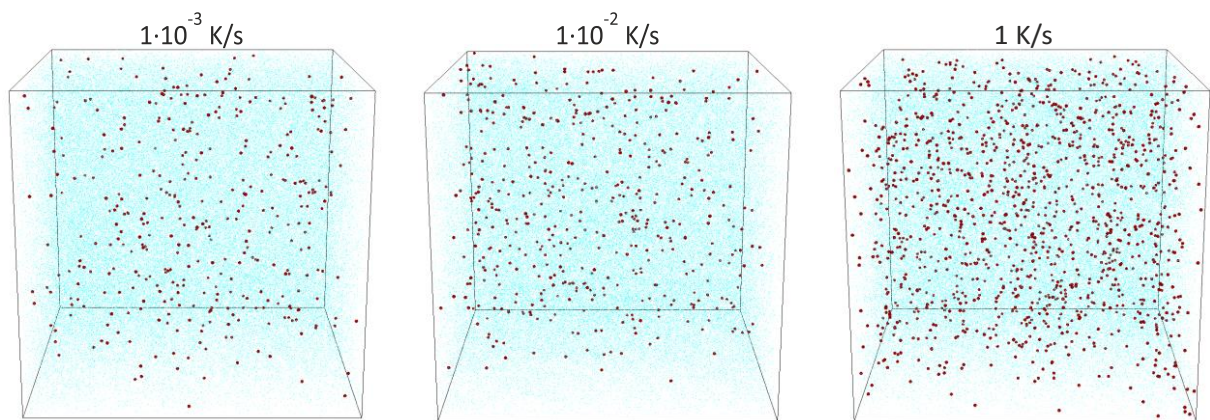


Abbildung 4.43: 3D-Rekonstruktionen (atom maps) des α -MK (Volumen $20 \times 20 \times 20 \text{ nm}^3$) von Proben, die mit unterschiedlicher Rate \dot{T}_K auf RT gekühlt worden sind. Die Si-Atome im Probenvolumen sind hervorgehoben.

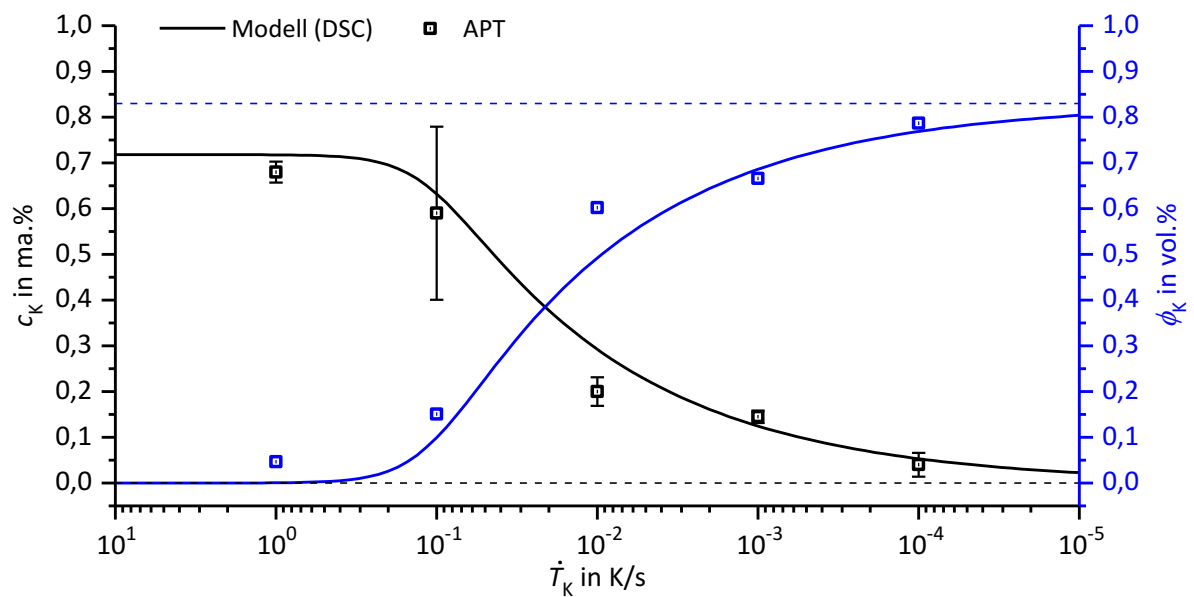


Abbildung 4.44: Modellierter Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen ϕ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte (APT).

Die Mittelwerte des gelösten Si-Anteils c_K der analysierten Proben ist in Abbildung 4.44 den Modellvorhersagen gegenübergestellt. Die Fehlerbalken geben die Standardabweichung an (es ist zu beachten, dass diese aus lediglich drei Einzelmesswerten berechnet wurde). Für eine Kühlrate $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$ ergab sich aus den Messungen ein gelöster Massenanteil von $c_K = 0,68 \pm 0,02 \%$, welcher sehr dicht an der maximal möglichen Fremdatomkonzentration von $c_{K_{\max}} = 0,72 \%$ liegt. Für die langsamste untersuchte Abkühlrate von $\dot{T}_K = 10^{-4} \text{ K/s}$ wurde hingegen ein Wert von $c_K = 0,04 \pm 0,03 \%$ ermittelt. Dieser Wert ist ebenfalls in guter Übereinstimmung mit dem modellierten Lösungsgehalt und weist zugleich darauf hin, dass auch nach solch langsamer Abkühlung noch ein gewisser Si-Gehalt in Lösung verbleibt. Auch die Ergebnisse der restlichen Zustände bilden den berechneten Verlauf von c_K in Abhängigkeit der Kühlrate gut ab. Auffällig ist dabei die recht große Messunsicherheit für den Zustand $\dot{T}_K = 0,1 \text{ K/s}$. An diesen Proben wurde ein Wert von $c_K = 0,59 \pm 0,19 \%$ bestimmt. Die große Streuung der Einzelmessungen ist vermutlich darauf zurückzuführen, dass in diesen Proben die feinste Verteilung von Si-Ausscheidungen aller untersuchten Zustände vorliegt. Es ist daher nicht auszuschließen, dass bei der Analyse auch Probenbereiche mit feinsten Si-Partikeln oder an Legierungselementatomen verarmte Bereiche um Ausscheidungen herum gemessen worden sind. Auch die geringe Anzahl an Einzelmessungen ist in diesem Zusammenhang zu nennen. Der ausgeschiedene Volumenanteil an Si-Teilchen lässt sich erneut unter Anwendung von Gleichung 4.5 aus den gemessenen Fremdatomkonzentrationen berechnen. Die sich daraus ergebenden Werte sind in Abbildung 4.44 ebenfalls dargestellt und den Modellvorhersagen gegenübergestellt.

Elektrische Widerstandsmessungen

Mit elektrischen Widerstandsmessungen (Kapitel 3.3.5) wurden Restwiderstände von insgesamt sechs Wärmebehandlungszuständen der Legierung AlSi0,7 sowie zwei Zuständen der Legierung AlSi0,25 bestimmt. Mittels Lichtmikroskopie und Atomsondentomografie sind lediglich gelöste Fremdatomkonzentrationen c_K bzw. Ausscheidungsvolumenanteile Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT bestimmt worden. Um darüber hinaus die temperaturabhängigen Modellvorhersagen (Abbildung 4.40) zu validieren, wurden mittels Restwiderstandsmessungen auch Zustände geprüft, bei denen keine durchgängige Abkühlung bis RT erfolgte. Hierzu sind Proben mit definierter Geschwindigkeit auf eine Temperatur T_K gekühlt und nach Erreichen der Temperatur direkt überkritisch in einem Wasserbad abgeschreckt worden. Für Werkstoffzustände, die durch solche Stufenabschreckungen eingestellt worden sind, wurde angenommen, dass eine weitere Entmischung des MK bei RT nicht erfolgt. Der Lösungsgehalt sollte in diesen Zuständen demnach der Konzentration $c_{|T_K}$ entsprechen.

Alle untersuchten Wärmebehandlungszustände beider Legierungen sind in Tabelle 4.6 detailliert aufgelistet. Die Zustände der jeweiligen Al-Si-Legierung sind dabei aufsteigend nach erwartetem Lösungsgehalt (basierend auf der Modellierung) sortiert. Die durch das Modell vorhergesagten Lösungsgehalte sind in der rechten Spalte angegeben. In der Tabelle sind außerdem die Mittelwerte der gemessenen spezifischen elektrischen Restwiderstände ρ_{4K}

für alle Zustände aufgelistet. Da ρ_{4K} teilweise an lediglich zwei Proben bestimmt worden ist, wird auf eine Angabe der Standardabweichung verzichtet. Maximale Abweichungen zwischen Einzelmesswerten sind jedoch stets $< 0,01 \mu\Omega\text{cm}$. Wie in Kapitel 3.3.5 beschrieben, setzt sich der spezifische Restwiderstand im Wesentlichen aus dem Anteil von Reinaluminium $\rho_{4K\text{Al}}$ und dem Beitrag gelöster Fremdatome $\Delta\rho_{4K\text{El}}$ zusammen. Somit konnte der Lösungsanteil von Si aus den Werten des Restwiderstandes unter Anwendung von Gleichung 3.10 berechnet werden. Die resultierenden Werte sind in der Tabelle als Stoffmengenanteil (at.%) sowie als Massenanteil (ma.%) angegeben. Für den Restwiderstand von Al wurde ein Wert von $\rho_{4K\text{Al}} = 0,5 \text{ n}\Omega\text{cm}$ angenommen. Dies entspricht dem Mittelwert der Angaben aus der Literatur (vgl. Kapitel 3.3.5). Für die atomprozentuale Widerstandserhöhung durch Si $\Delta\rho_{4K\text{Si}}$ wurden die Literaturangaben aus Tabelle 3.5 verwendet. Es wurde ebenfalls ein Mittelwert genutzt, sodass die Berechnung mit $\Delta\rho_{4K\text{Si}} = 0,6775 \mu\Omega\text{cm/at.}\%$ erfolgte.

Tabelle 4.6: Übersicht der durch Restwiderstandsmessungen analysierten Werkstoffzustände sowie Ergebnisgrößen im Vergleich zu den Modellvorhersagen.

Legierung	Wärmebehandlungszustand nach $T_{\text{LG}} = 540 \text{ }^\circ\text{C} / t_{\text{LG}} = 20 \text{ min}$	ρ_{4K} in $\mu\Omega\text{cm}$	c in at. % (ρ_{4K})	c in ma. % (ρ_{4K})	c in ma. % (Modell)
AlSi0,25	$\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s} / T_K = \text{RT}$	0,1006	0,15	0,15	0,14
	$\dot{T}_K > \dot{T}_{\text{krit}} (\text{H}_2\text{O}) / T_K = \text{RT}$	0,1909	0,28	0,29	0,26
AlSi0,7	$\dot{T}_K = 10^{-4} \text{ K/s} / T_K = \text{RT}$	0,0496	0,07	0,08	0,05
	$\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s} / T_K = \text{RT}$	0,0883	0,13	0,13	0,11
	$\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s} / T_K = 350 \text{ }^\circ\text{C}$	0,1465	0,22	0,22	0,16
	$\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-3} \text{ K/s} / T_K = \text{RT}$	0,1587	0,23	0,24	0,23
	$\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s} / T_K = 200 \text{ }^\circ\text{C}$	0,1587	0,23	0,24	0,27
	$\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s} / T_K = 400 \text{ }^\circ\text{C}$	0,1981	0,29	0,30	0,29

Proben, die bis zu einer Temperatur $T_K > \text{RT}$ abgekühlt worden sind, wurden bei Erreichen von T_K direkt überkritisch im Wasserbad auf RT abgeschreckt.

Aus Tabelle 4.6 geht hervor, dass die bestimmten Lösungsgehalte in guter Übereinstimmung mit den Modellvorhersagen sind. Die größten Abweichungen ergaben sich für AlSi0,7-Proben, welche mit $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ auf $T_K = 350 \text{ }^\circ\text{C}$ abgekühlt und anschließend abgeschreckt worden sind. Die durch Widerstandsmessungen bestimmte Fremdatomkonzentration in Lösung liegt mit 0,22 ma.% in diesem Fall um etwa 0,06 ma.% über dem erwarteten Wert von 0,16 ma.%. In allen anderen Fällen sind die Abweichungen mit maximal 0,03 ma.% deutlich geringer. Die äußerst gute Übereinstimmung für alle Zustände beider Legierungen geht nochmals aus Abbildung 4.45 hervor, in welcher die gelöste Si-Konzentration aus Widerstandsmessungen über den modellierten Werten aufgetragen ist. Die Diagonale entspricht dabei einer absoluten Übereinstimmung.

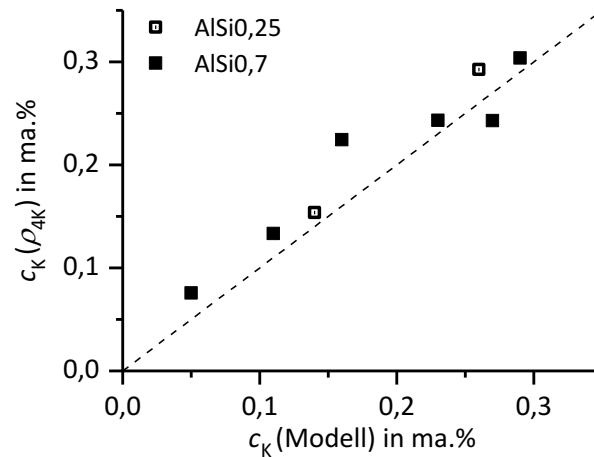


Abbildung 4.45: Gegenüberstellung der Werte für den gelösten Si-Gehalt c_K aus elektrischen Widerstandsmessungen und aus der Modellierung auf Basis von DSC-Messungen.

Die ermittelten Werte c_K und Φ_K aus allen Experimenten sind in Abbildung 4.46 gemeinsam dem modellierten Verläufen $c_K(\dot{T}_K)$ bzw. $\Phi_K(\dot{T}_K)$ gegenübergestellt. Aus dieser Darstellung wird deutlich, dass mit der Modellierung scheinbar eine sehr gute Abschätzung der mikrostrukturellen Kennwerte (gelöste Fremdatomkonzentration, Ausscheidungsvolumenanteil) erfolgen kann. Die Ergebnisse aller drei angewendeten experimentellen Methoden weisen auf die Validität der auf Basis der DSC-Ergebnisse durchgeführten Modellierung hin.

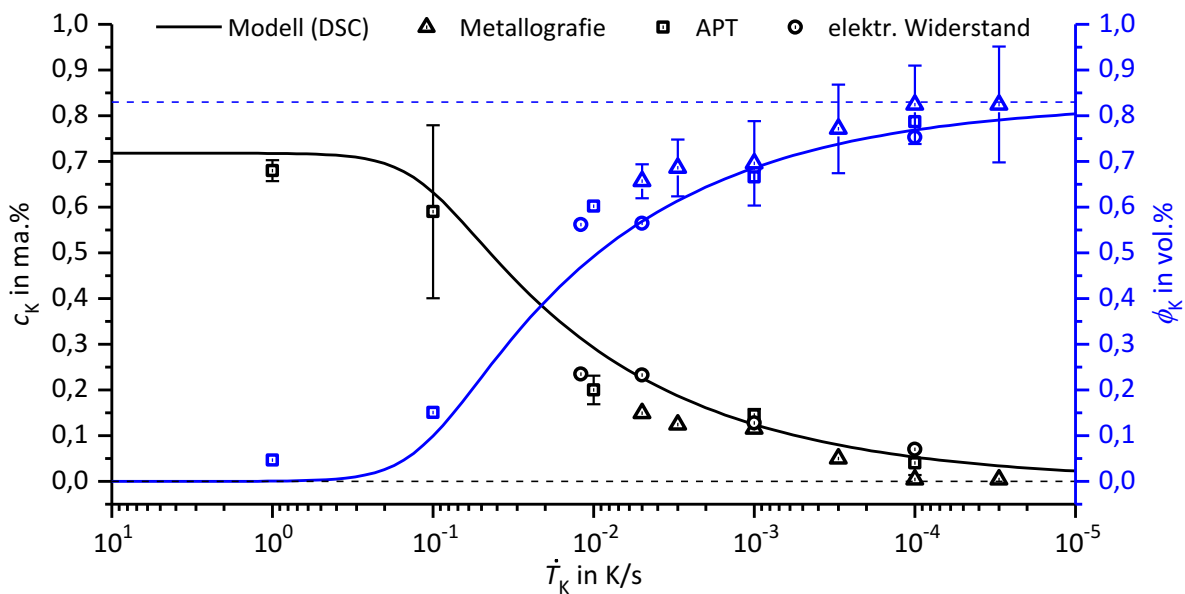


Abbildung 4.46: Modellierte Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte.

4.3.4 Fließverhalten

Wie bereits bei den anderen Werkstoffen (Kapitel 4.1.2 und Kapitel 4.2.2), soll zunächst das Fließverhalten der Al-Si-Legierungen ohne ausgeschiedene Partikel vorgestellt werden. Abbildung 4.47 zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,25 nach überkritischer Abkühlung ($\dot{T}_K = 1 \text{ K/s} > \dot{T}_{\text{krit}}$) auf unterschiedliche Umformtemperaturen T_V . Der gesamte Si-Gehalt des Werkstoffes sollte somit im α -MK gelöst vorliegen. Auf den ersten Blick weist die Legierung ein sehr ähnliches Fließverhalten wie Al4N auf (vgl. Abbildung 4.1). Zwar ergeben sich bei geringen Umformtemperaturen etwas höhere Fließgrenzen σ_f und Spannungen $\sigma_{|\varphi_1}$, ein Anstieg der Temperatur führt jedoch ebenso zu einer sehr raschen Abnahme der Festigkeit des Werkstoffes (Abbildung 4.47 (b, d, f)). Während sich bei allen Al-Mg-Legierungen im Temperaturbereich $T_V = 30 - 100 \text{ °C}$ kaum nennenswerten Spannungsunterschiede ergeben, zeigt sich für AlSi0,25 eine sofortige Abnahme der Fließspannung, sofern die Umformung bei $T_V = 100 \text{ °C}$ erfolgt. Insbesondere die Verformungsverfestigung wird durch einen Temperaturanstieg signifikant verringert. Während bei $T_V = 30 \text{ °C}$ unabhängig von der Dehnrates Fließspannungen von $\sigma_{0,20} \approx 85 \text{ MPa}$ erreicht werden, ergeben sich bei $T_V = 100 \text{ °C}$ nur noch Werte von $\sigma_{0,20} = 65 - 75 \text{ MPa}$. Die Dehngeschwindigkeit bekommt zugleich entscheidenden Einfluss. Für den Temperaturbereich $T_V = 100 - 300 \text{ °C}$ zeigt sich die größte Abhängigkeit der Verfestigung von der Dehnrates. Bei Temperaturen $T_V \geq 400 \text{ °C}$ ergibt sich dann keine nennenswerte Verfestigung mehr.

Dass sich das Verfestigungsverhalten der Legierung AlSi0,25 trotz einiger Ähnlichkeiten von Al4N unterscheidet, wird anhand der Kocks-Mecking-Plots in Abbildung 4.48 ersichtlich. Bei tiefen Temperaturen folgt die Abnahme der Verfestigungsrate θ einem linearen Zusammenhang. Die anfängliche Verfestigungsrate fällt für beide Dehnrates mit $\theta_0 \approx 1400 \text{ MPa}$ etwas geringer aus als bei Al4N. Während bei Reinaluminium eine Temperaturerhöhung jedoch eine sofortige Verringerung der Verfestigungsrate zu Beginn der Verformung bewirkt, nehmen die tatsächlichen Verfestigungsrates bei AlSi0,25 zunächst zu. Erst ab einer Temperatur von $T_V = 200 \text{ °C}$ ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) bzw. $T_V = 400 \text{ °C}$ ($\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) verringert sich die anfängliche Verfestigungsrate bei der Al-Si-Legierung. Bei erhöhter Verformungstemperatur geht bei der höheren Dehnrates scheinbar auch die lineare Beziehung von θ zur Spannungszunahme verloren. Erst nach dem anfänglich sehr starken Abfall von θ erfolgt eine recht kontinuierliche Abnahme mit konstanter Rate. Ein Zusammenbruch der linearen Beziehung ist auch für hohe Spannungen erkennbar. Insbesondere bei Umformtemperaturen $T_V \leq 200 \text{ °C}$ wird durch die verringerte Abnahmen der Verfestigungsrate keine Sättigungsspannung erreicht. Aus einem Vergleich der Kocks-Mecking-Plots von der Legierung AlSi0,25 und von Reinaluminium Al4N wird ebenfalls nochmals ersichtlich, dass die Spannungszunahme (Verformungsverfestigung) bei tiefen Temperaturen für AlSi0,25 höher ausfällt. Bei hohen Temperaturen fällt der Fließspannungszuwachs beider Werkstoffe sehr gering aus.

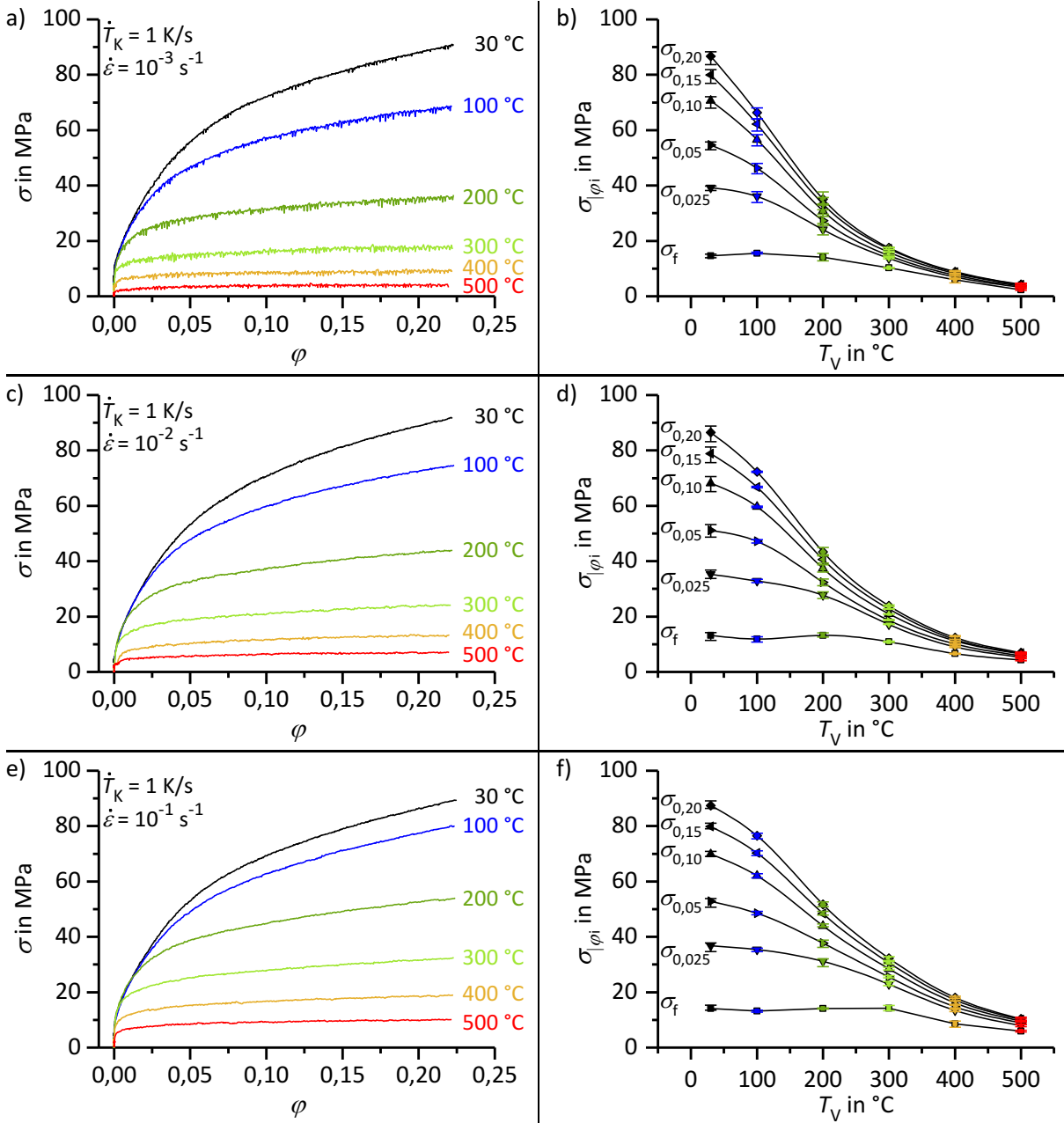


Abbildung 4.47: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i}$ (b, d, f) von AlSi_{0,25} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

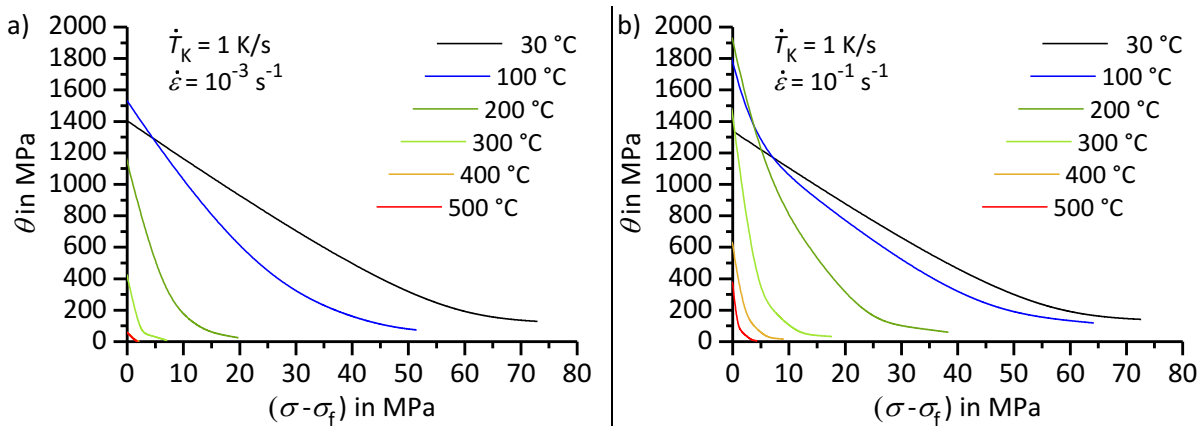


Abbildung 4.48: Kocks-Mecking-Plots von AlSi_{0,25} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

Die Legierung AlSi0,25 zeigt sich bei einer Umformtemperatur von $T_V = 30\text{ °C}$ sehr unempfindlich bezüglich der Dehngeschwindigkeit. Aus dem Fließkurvenvergleich in Abbildung 4.49 geht hervor, dass eine langsame Dehnrates zu etwas höheren erforderlichen Fließspannungen führen kann. Berücksichtigt man jedoch die Messschwankungen der Fließspannungen zwischen Einzelmessungen (Abbildung 4.47 (b, f)) wird deutlich, dass dieser negativen Dehnratenempfindlichkeit nicht allzu viel Bedeutung beigemessen werden sollte. Erheblich größer fallen die Spannungsunterschiede bei einer Temperatur von $T_V = 100\text{ °C}$ aus. Sowohl die Versuche mit konstanter Dehnrates als auch die SRJT weisen eine positive Dehnratenempfindlichkeit nach. Auch für diese Legierung ergeben sich im Anschluss an spontane Dehnratenänderungen transiente Übergänge auf neue Spannungsniveaus. Dabei lässt sich eine allmähliche Angleichung an die Fließspannungen der Versuche mit konstanter Dehnrates erkennen. Die Fließspannungsunterschiede weisen im Temperaturbereich $T_V = 100 - 300\text{ °C}$ fast im gesamten Dehnungsintervall ähnliche Werte auf. Für eine Dehnung von $\varphi = 0,20$ ergeben sich zwischen den Dehnrates beispielsweise Fließspannungsunterschiede von jeweils etwa $\Delta\sigma_{0,20} = 15\text{ MPa}$. Aufgrund des allgemein abnehmenden Spannungsniveaus, welches durch Temperaturerhöhung bewirkt wird, steigt die Dehnratenempfindlichkeit jedoch an. Diese Entwicklung geht aus Abbildung 4.50 hervor, in welcher scheinbare und stationäre SRS gegenübergestellt sind. Es wird deutlich, dass der Anstieg der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit nahezu linear mit der Temperatur erfolgt (c, d). Ein ähnliches Verhalten konnte für Al4N nachgewiesen werden (vgl. Abbildung 4.4). Dort zeigte sich allerdings bei hohen Temperaturen eine eindeutige Abhängigkeit von der Dehnung. Für AlSi0,25 ist eine solch klare Abhängigkeit hingegen nicht zu erkennen (a, b). Der Anstieg der SRS mit der Temperatur erfolgt für die Legierung AlSi0,25 zudem schneller, sodass sich bei hohen Temperaturen größere Dehnratenempfindlichkeiten einstellen. Für $T_V = 500\text{ °C}$ wurde ein Wert von $m \approx 0,20$ ermittelt. Die stationäre SRS fällt auch bei diesem Werkstoff etwas geringer aus als die scheinbare SRS. Ein identischer qualitativer Verlauf zeigt sich jedoch für beide Größen.

Der lineare Anstieg der SRS ist ein klar herauszustellender Unterschied zu allen untersuchten Al-Mg-Legierungen. Scheinbar erhöht gelöstes Mg die Warmfestigkeit von Aluminium. Ein nennenswerter Festigkeitsverlust stellt sich in Al-Mg-Legierungen bei langsamen und schnellen Dehnrates daher erst bei Temperaturen $T_V \geq 200\text{ °C}$ ein. Dadurch nimmt auch die SRS erst oberhalb 100 °C zu und weist außerdem geringere Werte auf als die SRS von AlSi0,25. Zu bedenken ist hierbei jedoch der geringere Legierungsgehalt der Al-Si-Legierung. Bereits jetzt soll deshalb darauf hingewiesen, dass das beschriebene Werkstoffverhalten auch für die Legierung AlSi0,7 mit erhöhtem Si-Gehalt festgestellt wurde. Die SRS fällt dabei im Allgemeinen sogar noch etwas höher aus als für die niedriglegierte Variante, wie die nachfolgenden Ergebnisse zeigen.

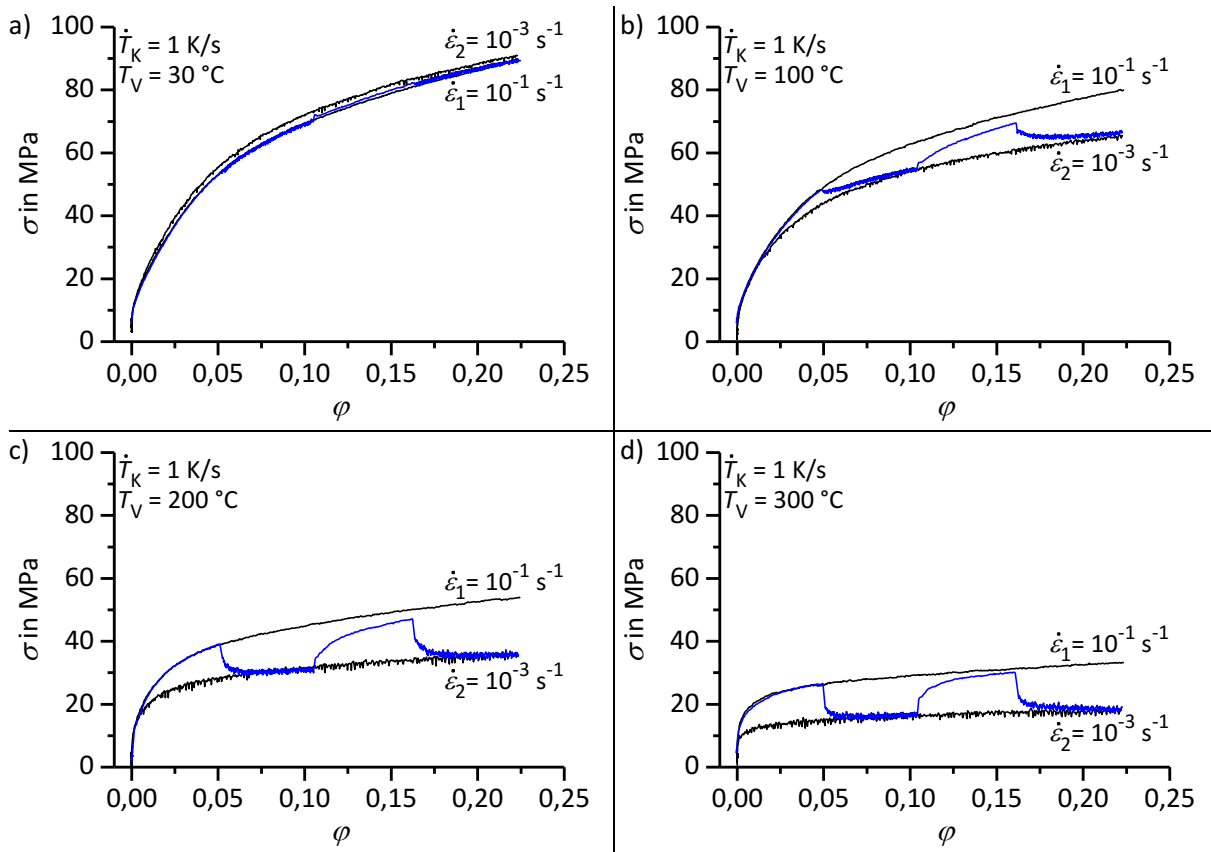


Abbildung 4.49: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi_{0,25} aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnrateswechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

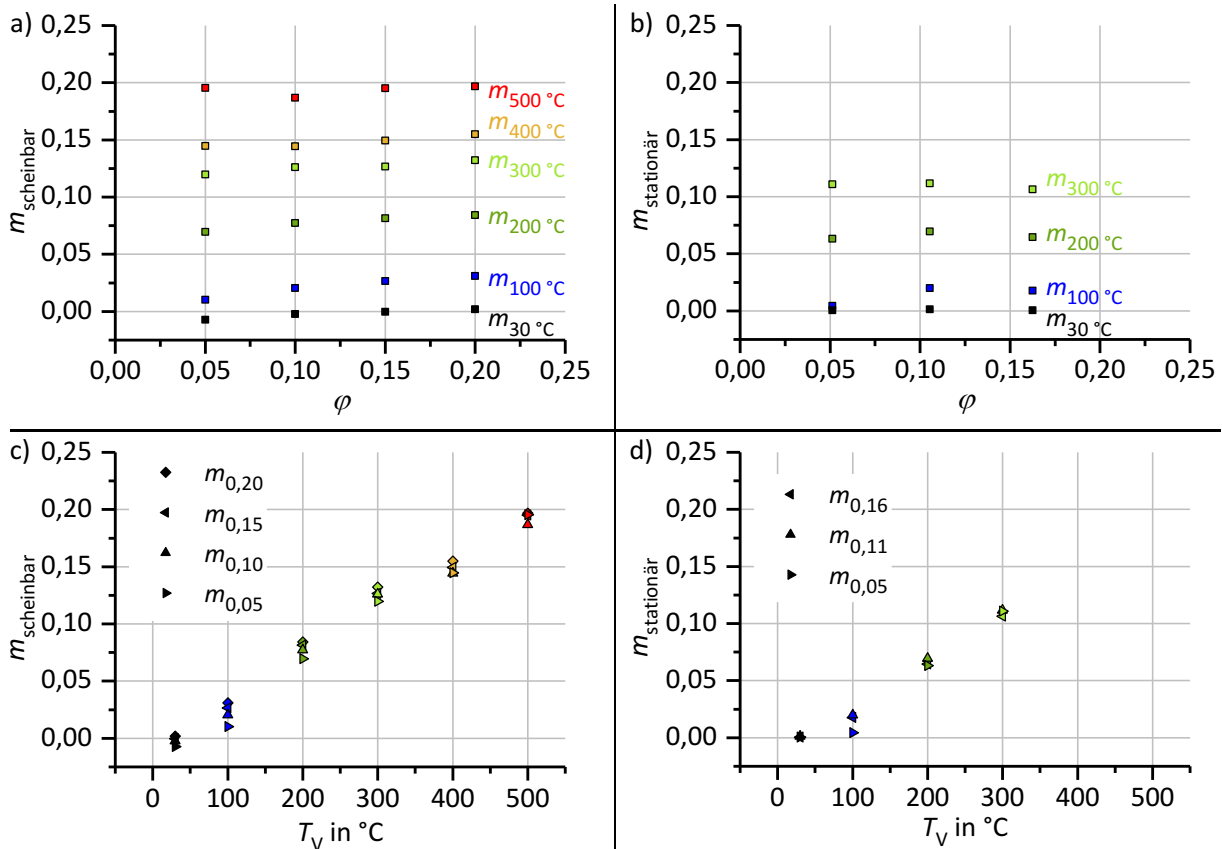


Abbildung 4.50: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlSi_{0,25} in Abhängigkeit der Dehnung ϕ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

Wie in den vorangegangenen Unterkapiteln durch DSC-Messungen, Mikrostrukturuntersuchungen und Atomsondenanalysen gezeigt worden ist, ist eine Abkühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$ auch für AlSi0,7 hinreichend schnell, um eine Ausscheidung von Si-Atomen aus dem α -MK zu verhindern. Die wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,7 in Abbildung 4.51 (a, c, e) wurden somit an vollständig übersättigten Zuständen aufgenommen. Für alle untersuchten Zustände liegen keine Ausscheidungsteilchen vor, sodass ein direkter Einfluss von gelöstem Si bestimmt werden kann.

Aus den Diagrammen geht hervor, dass eine Erhöhung des Si-Gehaltes einen leichten Anstieg der Fließgrenze bewirkt. Sie liegt im Temperaturbereich $T_V = 30 - 200 \text{ °C}$ für alle Dehnraten bei etwa $\sigma_f \approx 20 \text{ MPa}$. Erst bei höheren Temperaturen erfolgt eine Abnahme von σ_f , insbesondere für geringe Dehngeschwindigkeiten. Auch die Verformungsverfestigung wird durch die höhere Fremdatomkonzentration gesteigert. Bei $T_V = 30 \text{ °C}$ werden bei großen Dehnungen Fließspannungen von $\sigma_F > 100 \text{ MPa}$ erreicht. Das temperatur- und dehnratenabhängige Verformungsverhalten weist abgesehen von der etwas erhöhten Festigkeit sehr große Ähnlichkeiten zu AlSi0,25 auf. So führt ein Temperaturanstieg auf $T_V = 100 \text{ °C}$ zu einer sofortigen Verringerung der Verformungsverfestigung. Bei hohen Umformtemperaturen ist kaum noch eine Verfestigungswirkung zu erkennen. Die Fließspannung liegt besonders bei geringen Dehnraten auf einem ähnlichen Niveau wie bei AlSi0,25 und Al4N. Gelöstes Si scheint die Warmfestigkeit somit generell kaum zu beeinflussen. Vor allem bei sehr hohen Temperaturen macht sich der Einfluss von Si nicht mehr bemerkbar.

Die kaum wahrnehmbare Verformungsverfestigung bei hohen Temperaturen wird auch anhand der geringen Spannungszunahmen in den Kocks-Mecking-Plots deutlich (Abbildung 4.52). Die Verfestigungsrate θ fällt bei erhöhten Umformtemperaturen rasch ab, sodass sich eine Sättigungsspannung einstellt. Bei niedrigeren Temperaturen ist hingegen auch nach großen Spannungszuwächsen noch immer eine Verfestigung festzustellen. Die qualitativen Kurvenverläufe entsprechen im Wesentlichen jenen von AlSi0,25. Auffällig ist erneut die geringe anfängliche Verfestigungsrate, die mit $\theta_0 \approx 1200 - 1300 \text{ MPa}$ ebenfalls unterhalb des Wertes von reinem Aluminium liegt. Die tatsächliche Verfestigungsrate zu Beginn der Verformung steigt mit zunehmender Temperatur zunächst leicht an. Der Abfall der Verfestigungsrate über der Fließspannung nimmt in allen Fällen jedoch mit steigender Temperatur zu.

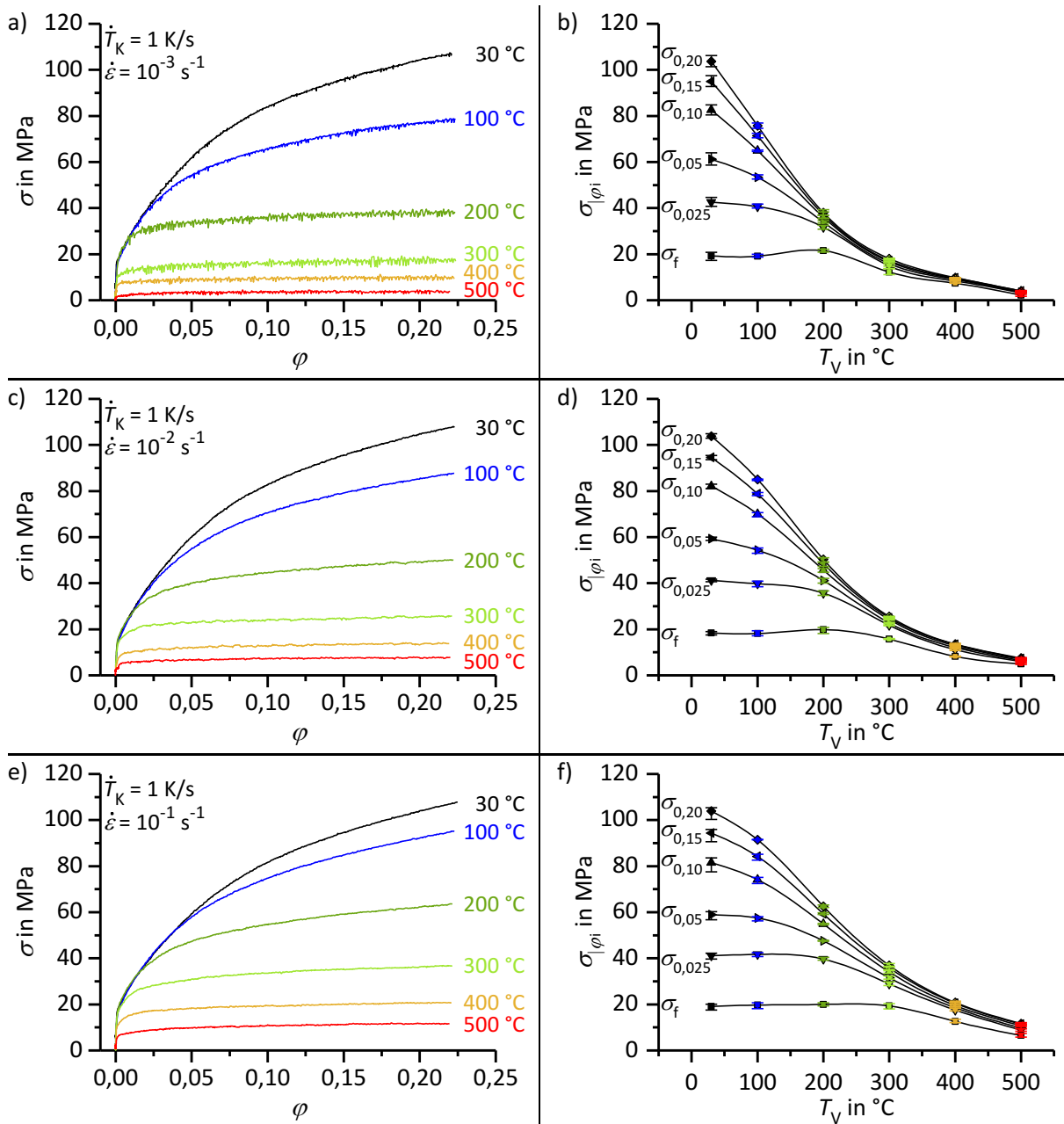


Abbildung 4.51: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\phi_i}$ (b, d, f) von AlSi_{0,7} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

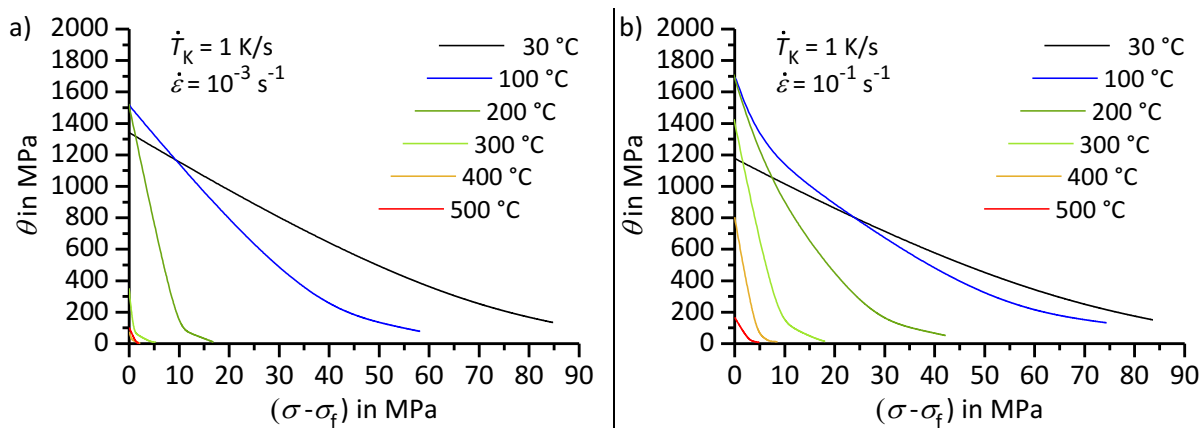


Abbildung 4.52: Kocks-Mecking-Plots von AlSi_{0,7} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.

Die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit der Legierung AlSi0,7 geht aus den Diagrammen in Abbildung 4.53 und Abbildung 4.54 hervor. Während die Dehnrates bei $T_V = 30\text{ °C}$ keinen nennenswerten Einfluss auf das Fließverhalten des Werkstoffes hat, führt ein Temperaturanstieg erneut zu einer positiven Dehnratesempfindlichkeit. Bereits bei $T_V = 100\text{ °C}$ ergibt sich ein sehr unterschiedliches Verfestigungsverhalten. Die Spannungsunterschiede nehmen bei steigenden Dehnungsbeträgen etwas zu. Der Index der Dehnratesempfindlichkeit m scheint daher insbesondere im Temperaturbereich von $T_V = 100 - 200\text{ °C}$ zusätzlich von der Dehnung abhängig zu sein (Abbildung 4.54 (a, b)). Bei höheren Umformtemperaturen ergeben sich bereits zu Beginn der Verformung sehr große Fließspannungsdifferenzen, die im weiteren Versuchsverlauf recht konstant bleiben. Eine Abhängigkeit der Dehnung zeigt sich dann nicht mehr.

Durch die sofortige Zunahme der Dehnratesempfindlichkeit mit steigender Temperatur ergibt sich ein ähnliches Verhalten wie bei der niedriglegierten Variante AlSi0,25. Es ist erneut ein nahezu linearer Anstieg von m mit steigender Temperatur festzustellen (Abbildung 4.54 (c, d)). Die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit liegt dabei im Allgemeinen sogar auf einem etwas höheren Niveau. Zu erklären ist dieser Umstand mit der geringen Festigkeitssteigerung durch Si bei geringen Dehnrates. Bei schnellerer Umformung macht sich ein höherer Si-Gehalt deutlicher bemerkbar und führt zu größeren Fließspannungen. Aus der größeren Spannungsdifferenz resultiert letztlich die größere Dehnratesempfindlichkeit.

Vergleichbare Werte für die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit wurden aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und aus Versuchen mit Dehnrateswechseln ermittelt. Wie bei den anderen Werkstoffen ergeben sich für einige Prüfbedingungen (z. B. $T_V = 100\text{ °C}$) etwas geringere Spannungsdifferenzen bei Durchführung von SRJT. Die stationäre Dehnratesempfindlichkeit fällt in diesen Fällen etwas geringer aus als die scheinbare Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.

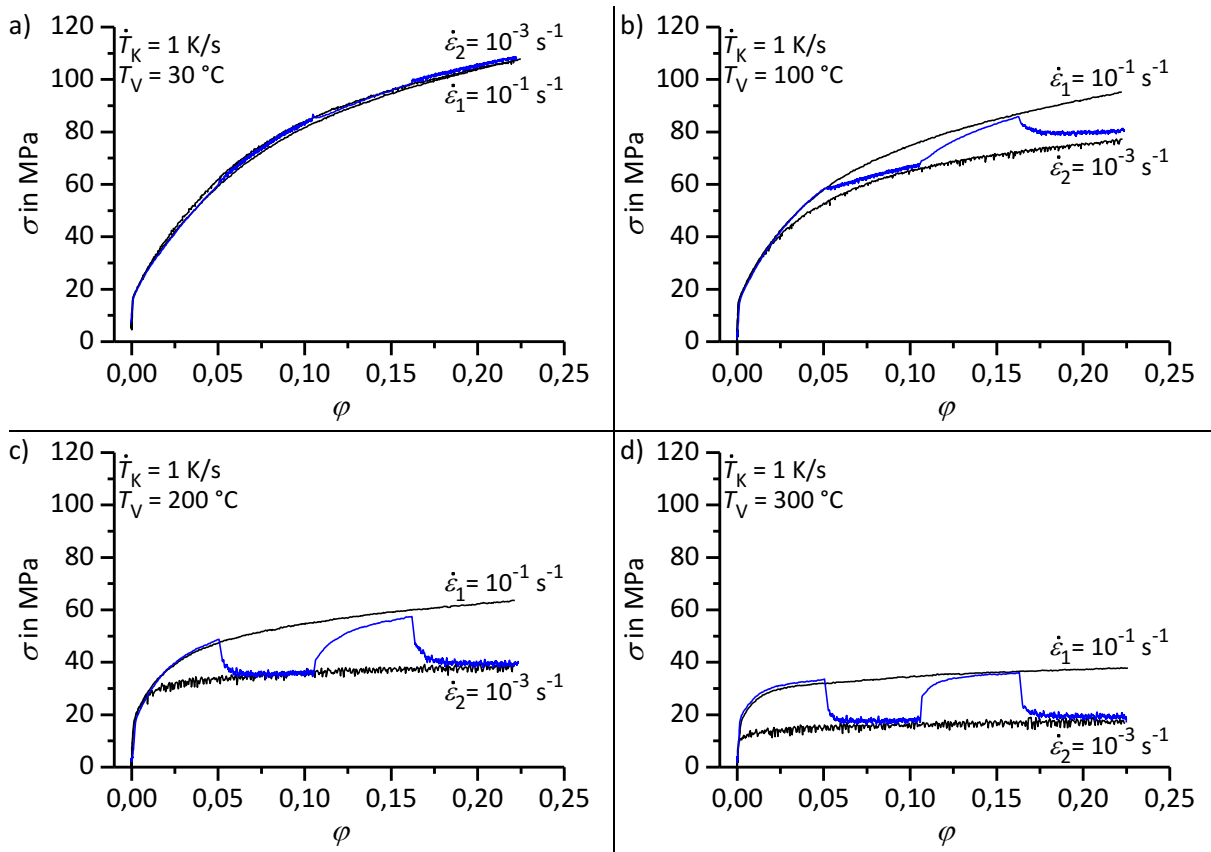


Abbildung 4.53: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi_{0,7} aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

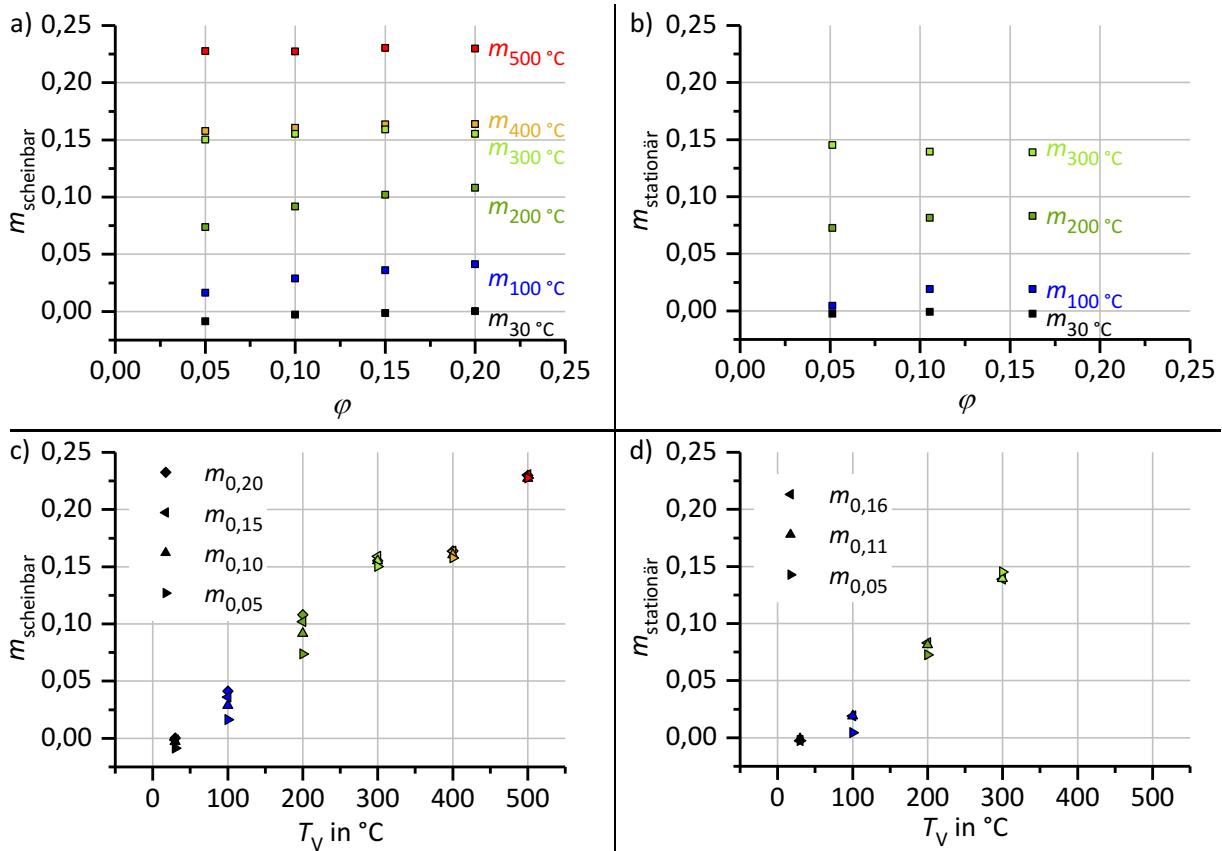


Abbildung 4.54: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlSi_{0,7} in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).

In Kapitel 4.3.1 wurde gezeigt, dass die Mikrostrukturentwicklung der Legierung AlSi0,7 beim Kühlen von Lösungsglühbedingungen maßgeblich von der Kühlrate abhängt. Die Abkühlgeschwindigkeit ist entscheidend dafür, in welchen Temperaturbereichen es zu Ausscheidungsreaktionen kommt oder ob diese vollständig unterdrückt werden. Geringe Kühlraten führen zu einer vorzeitigen Entmischung des α -MK und somit zu einer Verringerung der gelösten Si-Konzentration. Wie aus Abbildung 4.30 und Abbildung 4.31 hervorging, führen HT- und NT-Reaktionen außerdem zu sehr unterschiedlichen Teilchenmorphologien und -verteilungen. Um zu prüfen, inwiefern sich verschiedene Kühlraten und damit Teilchen auf das Verformungsverhalten auswirken, wurden die Wärmebehandlungen vor Durchführung der Stauchversuche variiert (siehe Tabelle 3.6). Die Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit der Kühlrate sind für verschiedene Verformungstemperaturen in Abbildung 4.55 zusammengestellt (s. a. [202]). Die Kühlgeschwindigkeiten wurden dabei so gewählt, dass keine Teilchen ($\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$), überwiegend NT-Partikel ($\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$) oder überwiegend HT-Partikel ($\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$) gebildet werden.

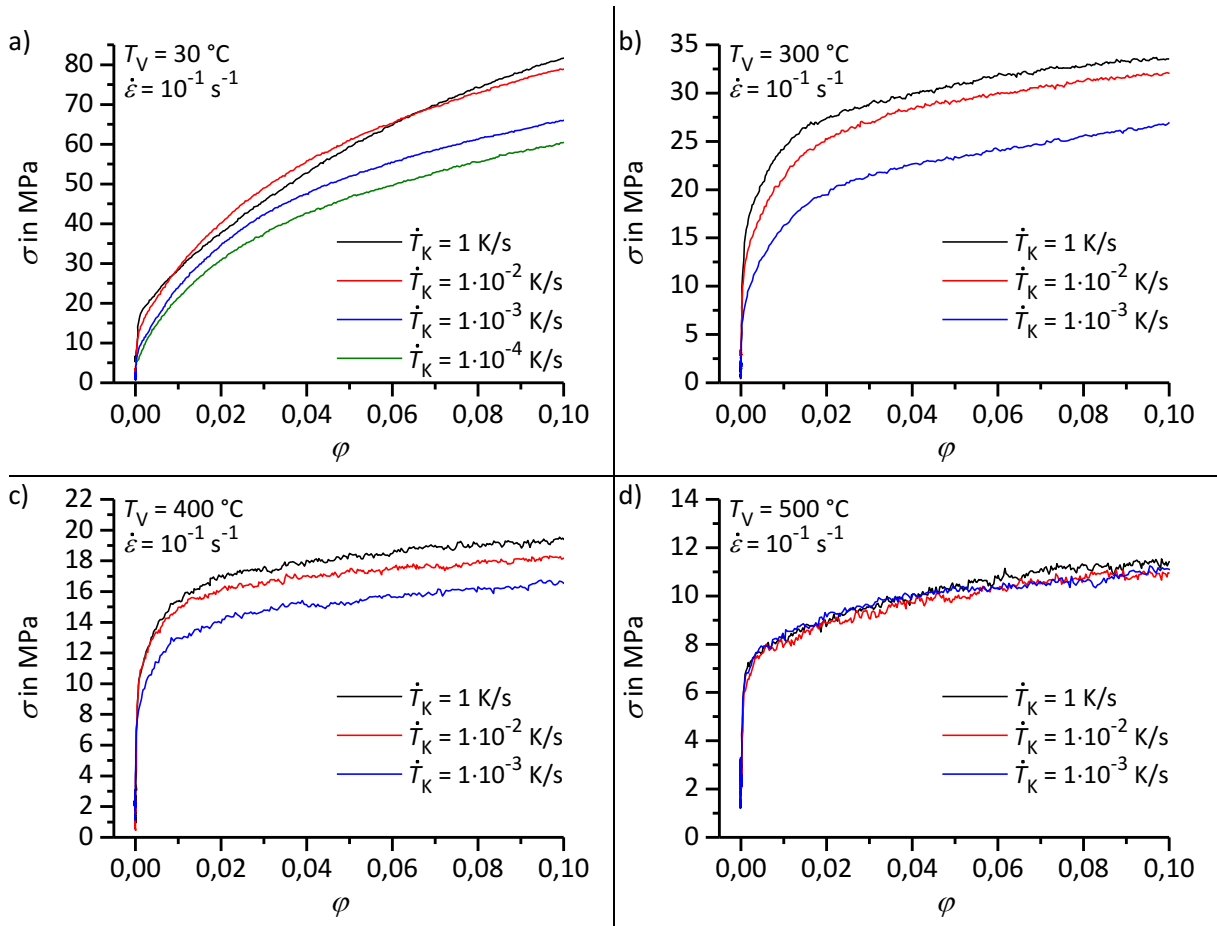


Abbildung 4.55: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,7 in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .

Aus dem Diagramm (d) geht hervor, dass die Kühlrate keinen Einfluss auf das Festigkeits- und Fließverhalten bei $T_V = 500 \text{ °C}$ hat. Diese Umformtemperatur liegt oberhalb der Starttemperaturen für eine Ausscheidungsbildung, sodass der Mikrostrukturzustand in allen Proben identisch sein sollte. Bis $T_V = 400 \text{ °C}$ bilden sich bei einer Kühlrate von $\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$ sehr

grobe HT-Partikel. Die daran geknüpfte Verringerung der Fremdatomkonzentration im α -MK macht sich durch eine geringere Fließgrenze bemerkbar (c). Auch bei Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s treten bei Temperaturen oberhalb 400 °C erste Ausscheidungsreaktionen auf (Abbildung 4.30). Die Enthalpieänderung und somit der ausgeschiedene Si-Anteil ist dabei jedoch deutlich geringer als bei Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s (Abbildung 4.21 b). Es verbleibt eine größere Si-Konzentration in Lösung (vgl. Abbildung 4.40 b), sodass die Fließspannungen ebenfalls etwas höher ausfallen. Dennoch ergibt sich auch bei Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s eine leichte Festigkeitsabnahme im Vergleich zum überkritisch abgeschreckten Zustand. Die Spannungsdifferenzen der verschiedenen Zustände bleiben im Verlauf der Umformung recht konstant. Die Verformungsverfestigung wird durch die Partikel scheinbar nicht beeinflusst.

Eine weitere Verringerung der Temperatur führt zur weiteren Entmischung des α -MK. Für beide Kühlraten sind die Ausscheidungsreaktionen bei $T_V = 300$ °C nahezu vollständig abgeschlossen. Die zunehmend verschiedenen Fremdatomkonzentrationen führen zu deutlicheren Unterschieden der Festigkeitseigenschaften (Abbildung 4.55 b). Der vollständig übersättigte Mischkristall weist dabei weiterhin die größten Fließspannungen auf. Unterschiedliches Verfestigungsverhalten ist auch bei dieser Umformtemperatur nicht zu erkennen. Die weitere Abkühlung auf $T_V = 30$ °C führt keine nennenswerte Veränderung der Partikelkonfiguration hervor, da bereits bei 300 °C nahezu alle Ausscheidungsreaktionen beendet sind. Mit einsetzender plastischer Verformung ergibt sich daher das bekannte Verhalten. Die gebildeten Teilchen bewirken aufgrund ihrer Größe keinen direkten Festigkeitsanstieg. Die Fließgrenze wird scheinbar nur von der Si-Konzentration des α -MK maßgeblich beeinflusst. Mit zunehmender Kühlrate steigt die Fließgrenze an. In Abbildung 4.55 a ist zusätzlich die Spannungs-Dehnungs-Kurve einer Probe aufgetragen, die mit einer nochmals deutlich geringeren Rate von $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s gekühlt worden ist. Bei dieser Kühlrate ist nahezu der gesamte Legierungsgehalt an Si ausgeschieden (Abbildung 4.46). Die Fließgrenze dieses Zustandes liegt daher nochmals einige MPa unterhalb der Fließgrenze von Proben, die mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s abgekühlt worden sind. Mit zunehmender Dehnung ist jedoch ein im Vergleich zu hohen Temperaturen sehr unterschiedliches Verfestigungsverhalten festzustellen. Alle Mikrostrukturzustände, die Partikel aufweisen, zeigen zu Beginn der plastischen Verformung eine größere Verfestigungsrate, was sich im steileren Anstieg der Fließkurven ausdrückt. Insbesondere die NT-Partikel ($\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s) bewirken einen deutlichen Festigkeitszuwachs. Im Dehnungsintervall $\varphi \approx 0,01 - 0,06$ ergeben sich dadurch höhere Spannungsbeträge als im vollständig übersättigten Zustand ($\dot{T}_K = 1$ K/s). Erst bei größeren Dehnungen flacht die Fließkurve zunehmend ab. Die Zustände mit HT-Partikeln weisen zueinander ein sehr ähnliches Verfestigungsverhalten auf. Zu Beginn der Verformung kommt es durch die höhere Verfestigungsrate zu einer Annäherung an die Fließkurve des übersättigten α -MK. Beide Spannungs-Dehnungs-Kurven ($\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s bzw. $\dot{T}_K = 10^{-4}$ K/s) flachen jedoch schnell ab und weisen im weiteren Verlauf der Umformung ein deutlich geringeres Spannungsniveau auf.

Die Festigkeit- und Fließeigenschaften der Al-Si-Legierung werden somit einerseits durch den gelösten Si-Gehalt im α -MK und andererseits durch die im Gefüge vorliegenden Teilchen beeinflusst. Mit der vorgenommenen Versuchsführung kann jedoch keine separate Betrachtung der unterschiedlichen Einflussgrößen erfolgen – ein Umstand, der in den meisten Veröffentlichungen unterschiedlichster Autoren anzutreffen ist (Kapitel 2.2). Die getroffene Wahl der Modelllegierungen sowie die vorgenommene Modellierung der Ausscheidungskinetik ermöglichen es, dieser messtechnischen Schwierigkeit zu begegnen. Anhand der Modellierungsergebnisse (Kapitel 4.3.2) können Wärmebehandlungsparameter festgelegt werden, die sich dazu eignen, genau definierte und vergleichbare Mikrostrukturzustände einzustellen. Ziel einer letzten Versuchsreihe war es daher, Werkstoffzustände einzustellen und zu prüfen, die zwar einen identischen Gehalt an gelöstem Si aufweisen, für welche jedoch unterschiedliche Partikelkonfigurationen vorliegen. Diese Vorgehensweise lässt eine eindeutige Trennung der Einflüsse von Mischkristallverfestigung und Teilchenverfestigung zu.

Der gewählte Ansatz für die Durchführung gezielter Wärmebehandlungen und die daraus resultierenden Ergebnisse sind in Abbildung 4.56 dargestellt (s. a. [203]). Als Referenzzustand diente die Legierung AlSi0,25 mit vollständig übersättigtem α -MK ($\dot{T}_K = 1$ K/s). Durch gezielte Wärmebehandlungen an AlSi0,7 wurden Proben mit einem identischen MK-Zustand (0,26 ma.% Si) eingestellt. Die angestrebten Partikelkonfigurationen waren folgende. Einerseits sollten überwiegend NT-Partikel ausgeschieden werden. In einem weiteren Fall sollte die Entmischung des α -MK bei höheren Temperaturen erfolgen, sodass überwiegend HT-Partikel im resultierenden Gefüge vorliegen. Zur Einstellung dieser Zustände eignen sich erneut die Kühlraten $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s bzw. $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s, bei denen NT- bzw. HT-Reaktionen dominieren (Abbildung 4.30). Wie die Modellierungsergebnisse in Abbildung 4.56 a zeigen, verbleibt nach Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s auf RT ein Si-Massenanteil von $c \approx 0,26$ % in Lösung. In diesem Zustand liegen außerdem überwiegend NT-Partikel vor (Abbildung 4.31). Um eine identische Übersättigung des MK durch Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s zu erzielen, erfolgte die Kühlung ab einer Temperatur von $T_K \approx 400$ °C überkritisch. Bei dieser Temperatur liegt eine identische Enthalpieänderung und somit derselbe MK-Zustand vor. Durch überkritische Kühlung wird eine weitere Entmischung des α -MK erfolgreich unterdrückt. Wie Abbildung 4.31 zeigt, kommt es im Temperaturbereich $T > 400$ °C ausschließlich zur Bildung von HT-Partikeln. Die gewählten Wärmebehandlungen führen somit zu Mikrostrukturen, die einerseits α -MK mit identischen Lösungsgehalten von $c \approx 0,26$ ma.% Si (s. a. Tabelle 4.6) und andererseits sehr unterschiedliche Partikelkonfigurationen aufweisen.

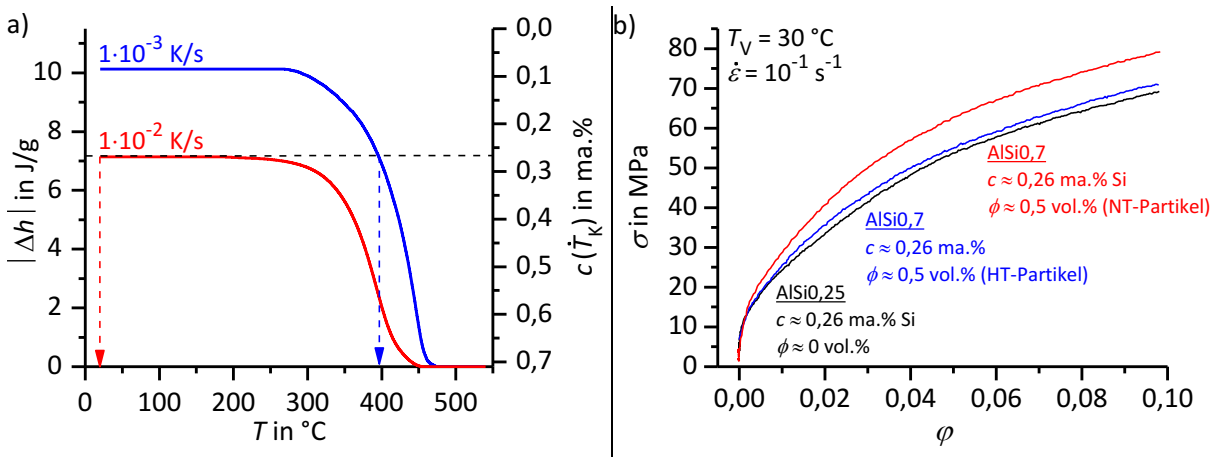


Abbildung 4.56: Versuchsdurchführung zur Bestimmung des Einflusses von Si-Ausscheidungen auf das Festigkeits- und Fließverhalten in Al-Si-Legierungen.

- Festlegung von Wärmebehandlungsparametern (T_K und T_K) zur Herstellung von Proben aus AlSi0,7 mit $0,26 \text{ ma.}\% \text{ Si}$ in Lösung und unterschiedlichen Partikelkonfigurationen
- Spannungs-Dehnungs-Kurven von Proben mit jeweils $0,26 \text{ ma.}\% \text{ Si}$ in Lösung und unterschiedlichen Partikelkonfigurationen

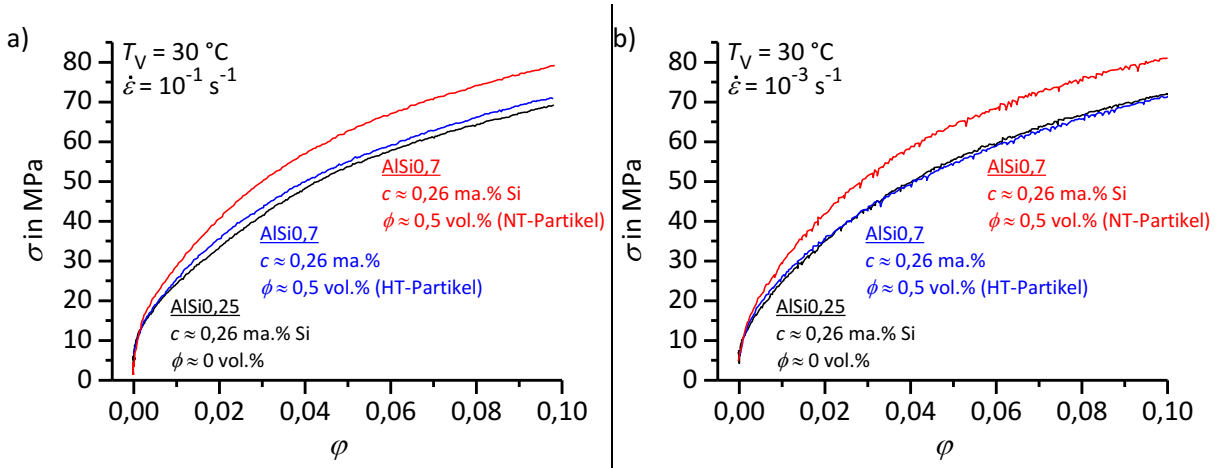


Abbildung 4.57: Einfluss der Dehnrates auf Spannungs-Dehnungs-Kurven von Al-Si-Legierungen mit jeweils $0,26 \text{ ma.}\% \text{ Si}$ in Lösung und unterschiedlichen Partikelkonfigurationen.

- $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
- $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

Aus den Spannungs-Dehnungs-Kurven (Abbildung 4.56 b) der drei eingestellten Mikrostrukturzustände bei einer Verformungstemperatur von $T_V = 30^{\circ}\text{C}$ geht zunächst hervor, dass nahezu identische Fließgrenzen ($\sigma_f \approx 15 \text{ MPa}$) vorliegen. Durch vorangegangene Versuche wurde festgestellt, dass die Partikel auf Grund ihrer Größe keinen Beitrag zur Fließgrenze leisten und σ_f scheinbar nur vom Lösungsgehalt an Si beeinflusst wird (Abbildung 4.55). Identische Fließgrenzen sprechen somit dafür, dass mit den vorgenommenen Wärmebehandlungen tatsächlich vergleichbare MK-Zustände eingestellt worden sind. Mikrostrukturzustände mit HT-Partikeln weisen auch im weiteren Verlauf der Verformung ein sehr ähnliches Verhalten zum Zustand ohne Ausscheidungen auf. Die äußerst groben, globularen Teilchen scheinen das Verfestigungsverhalten nicht sonderlich zu beeinflussen. Die Fließspannungen der beiden Zustände weichen um wenige MPa ab, sodass die Differenzen

im Bereich der Messunsicherheit liegen. Eine deutlich ausgeprägtere Verformungsverfestigung weist hingegen der Zustand mit überwiegender Anzahl an NT-Partikeln auf. Dies ging bereits aus den Ergebnissen in Abbildung 4.55 hervor. Der direkte Vergleich mit einer nahezu identischen Fremdatomkonzentration des α -MK stellt das unterschiedliche Verhalten nochmals deutlich heraus. Bei einer Dehnung von $\varphi = 0,1$ liegt die Fließspannung mit $\sigma_F \approx 80$ MPa bereits um mehr als 10 MPa über der Fließspannung des ausscheidungsfreien Gefüges (reiner α -MK). Das deutlich ausgeprägtere Verfestigungsvermögen dieses Zustandes konnte auch bei einer geringeren Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ nachgewiesen werden, wie der direkte Vergleich verschiedener Dehnrates in Abbildung 4.57 zeigt.

4.4 Al-Mg-Si-Legierung

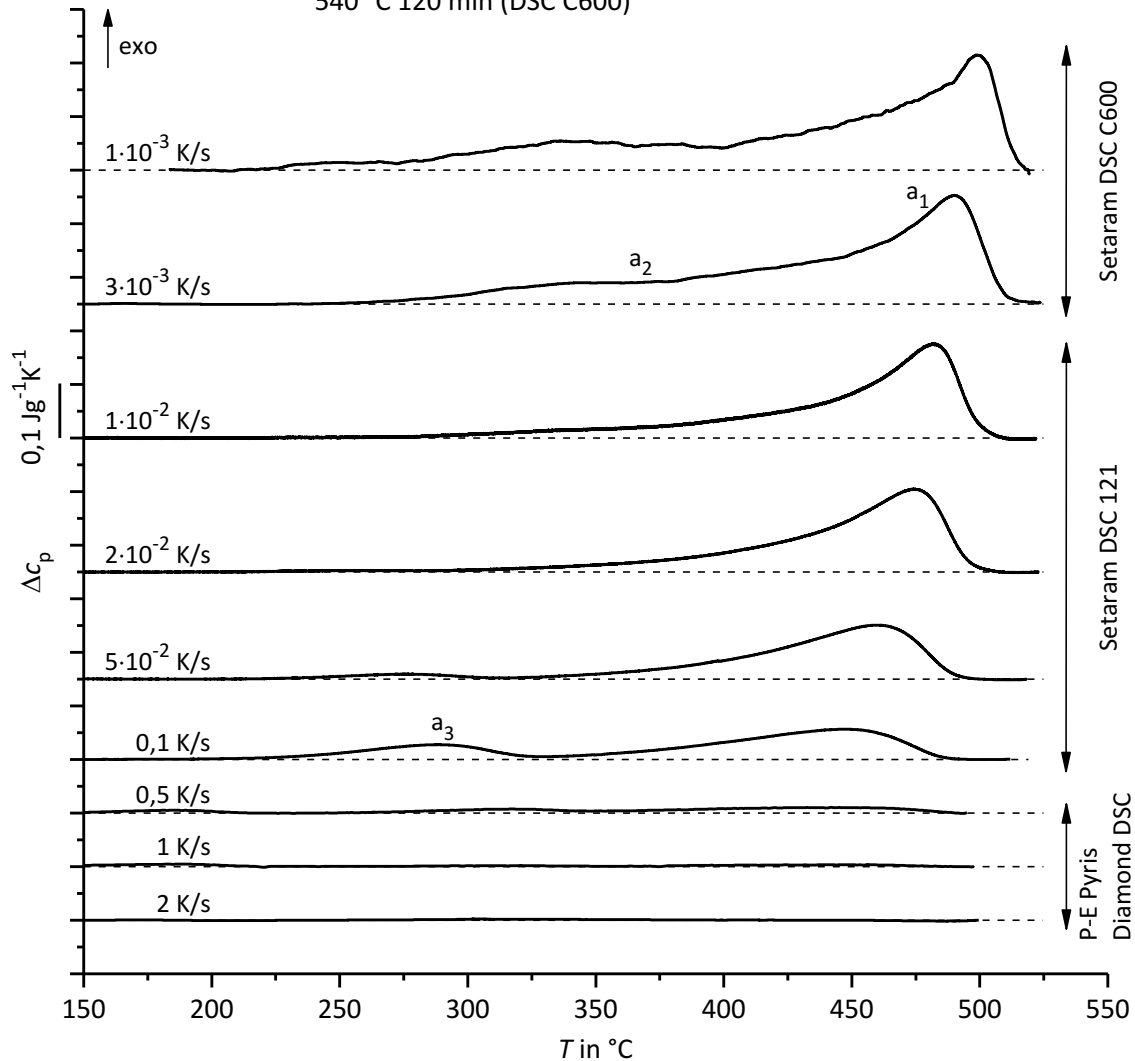
4.4.1 Mikrostrukturentwicklung

Ausscheidungsverhalten basierend auf DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung (in-situ Abkühlexperimente)

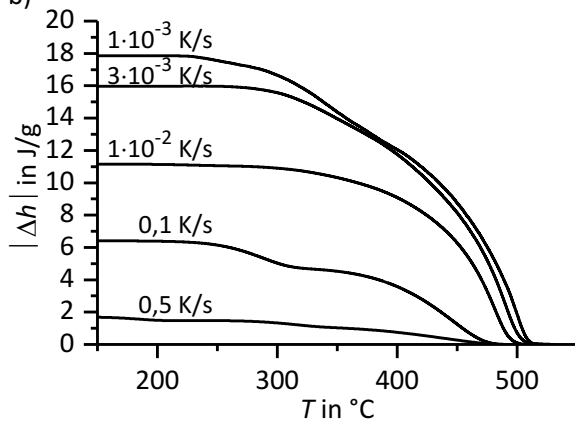
Das Ausscheidungsverhalten der ternären Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} wurde ausschließlich mit in-situ Abkühlexperimenten untersucht. Das kühlratenabhängige Reaktionsverhalten ist in Abbildung 4.58 dargestellt. Im Vergleich zu allen binären Legierungen konnten wesentlich größere Reaktionsintensitäten festgestellt werden. Dabei sind insgesamt mindestens drei Hauptreaktionsbereiche nachzuweisen. Sehr deutlich tritt für fast alle untersuchten Kühlraten eine HT-Reaktion (Peak a₁) in Erscheinung. Eventuell liegt hier sogar eine Überlagerung zweier Reaktionen vor. Bei Betrachtung langsamer Kühlgeschwindigkeiten ($\dot{T}_K < 10^{-2} \text{ K/s}$) ist im Temperaturbereich von $T \approx 275 - 400 \text{ °C}$ deutlich eine weitere Reaktion (Peak a₂) zu erkennen. Mit steigender Kühlrate werden alle Reaktionen zunehmend unterdrückt. Der Peak der HT-Reaktion verschiebt sich gleichzeitig um einige 10 K zu tieferen Temperaturen. Bei Kühlraten von $\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-2} \text{ K/s}$ bzw. $\dot{T}_K = 0,1 \text{ K/s}$ ist dann ein recht schwach ausgeprägter dritter Reaktionsbereich a₃ bei tieferen Temperaturen (225 – 325 °C) zu erkennen. Obwohl die Reaktionen bei hohen Temperaturen deutlich an Intensität verlieren und die treibende Kraft für eine Ausscheidungsbildung (Unterkühlung ΔT) zunimmt, gewinnt die Reaktion a₃ mit anwachsender Kühlrate nur geringfügig an Intensität. Sie scheint sich jedoch zu etwas höheren Temperaturen zu verschieben. Bei hohen Kühlraten wird auch diese Reaktion vollständig unterdrückt.

a)

Abkühlen von $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ nach Lösungsglühung:
 540 °C 20 min (Pyris Diamond DSC, DSC 121)
 540 °C 120 min (DSC C600)



b)



c)

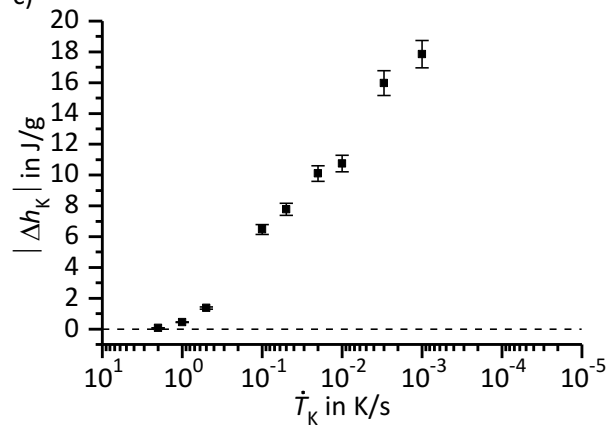


Abbildung 4.58: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$.

- Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h|$ als Funktion der Temperatur
- Spezifische Enthalpieänderung $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit

Aus den Enthalpieverläufen in Abbildung 4.58 b wird nochmal deutlich, dass Reaktionen bei langsamen Kühlraten bei sehr hohen Temperaturen $T > 510\text{ °C}$ starten. Selbst bei schneller Abkühlung verschiebt sich der Reaktionsbeginn nur wenig und liegt noch immer im Bereich von $T \approx 500\text{ °C}$. Wesentliche Enthalpieänderungen treten während der Abkühlung bis etwa 250 °C auf. Resultierende Enthalpieänderungen $|\Delta h_K|$ nach vollständiger Abkühlung auf RT sind in Abhängigkeit der Kühlgeschwindigkeit in Abbildung 4.58 c aufgetragen. Durch das Auftreten unterschiedlicher Reaktionsbereiche stellt sich ein recht diskontinuierlicher Kurvenverlauf mit Doppel-S-Form ein. Selbst bei sehr langsamer Abkühlung scheint noch kein Sättigungswert der Enthalpieänderung vorzuliegen. Die kritische Abkühlgeschwindigkeit kann anhand des Verlaufes mit $\dot{T}_{\text{krit}} = 1 - 2\text{ K/s}$ abgeschätzt werden. Auftretende Reaktionen liegen in diesem Kühlratenbereich unterhalb der Nachweisgrenze der angewendeten DSC-Geräte.

Mikrostrukturanalytik

a) Charakterisierung von Ausscheidungen

Den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf die Ausscheidungsbildung in AlMg_{0,6}Si_{0,8} zeigt Abbildung 4.59. Dargestellt sind lichtmikroskopische Gefügaufnahmen polierter Proben, die zuvor mit der jeweils angegebenen Kühlgeschwindigkeit auf RT abgekühlt worden sind. Es ist ersichtlich, dass Größe, Form und Anzahl ausgeschiedener Phasen maßgeblich von der Kühlgeschwindigkeit abhängen. Sehr grobe, polygonale Partikel mit Ausdehnungen von bis zu $20\text{ }\mu\text{m}$ sind nachzuweisen, wenn die Legierung mit äußerst geringer Rate von $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}\text{ K/s}$ abgekühlt worden ist. Zusätzlich treten zahlreiche kleinere Teilchen mit Abmessungen von wenigen μm und gleichachsiger Form auf. Nach Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2}\text{ K/s}$ weisen die polygonalen Partikel bereits deutlich kleinere Abmessungen auf. Es treten darüber hinaus sehr lange (mehrere $10\text{ }\mu\text{m}$), nadelförmige Ausscheidungen in Erscheinung. Beide Ausscheidungsmorphologien sind auch nach Abkühlung mit $\dot{T}_K = 0,1\text{ K/s}$ nachzuweisen. Die Partikelgröße nimmt im Allgemeinen ab, während die Teilchenanzahl zunimmt. Es wird jedoch deutlich, dass sich der Ausscheidungsvolumengehalt mit steigender Kühlrate verringert. Dies zeigt sich auch in den DSC-Ergebnissen durch eine kontinuierlich abnehmende Reaktionsenthalpie $|\Delta h_K|$. Nach Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10\text{ K/s}$ sind lichtmikroskopisch keine Teilchen mehr nachzuweisen. Auch dieses Ergebnis korreliert mit den Erkenntnissen der DSC-Untersuchungen, wonach die kritische Abschreckgeschwindigkeit mit dieser Kühlrate bereits überschritten ist (siehe oben). Eine Ausscheidungsbildung während des Kühlprozesses wird demnach vollständig unterdrückt.

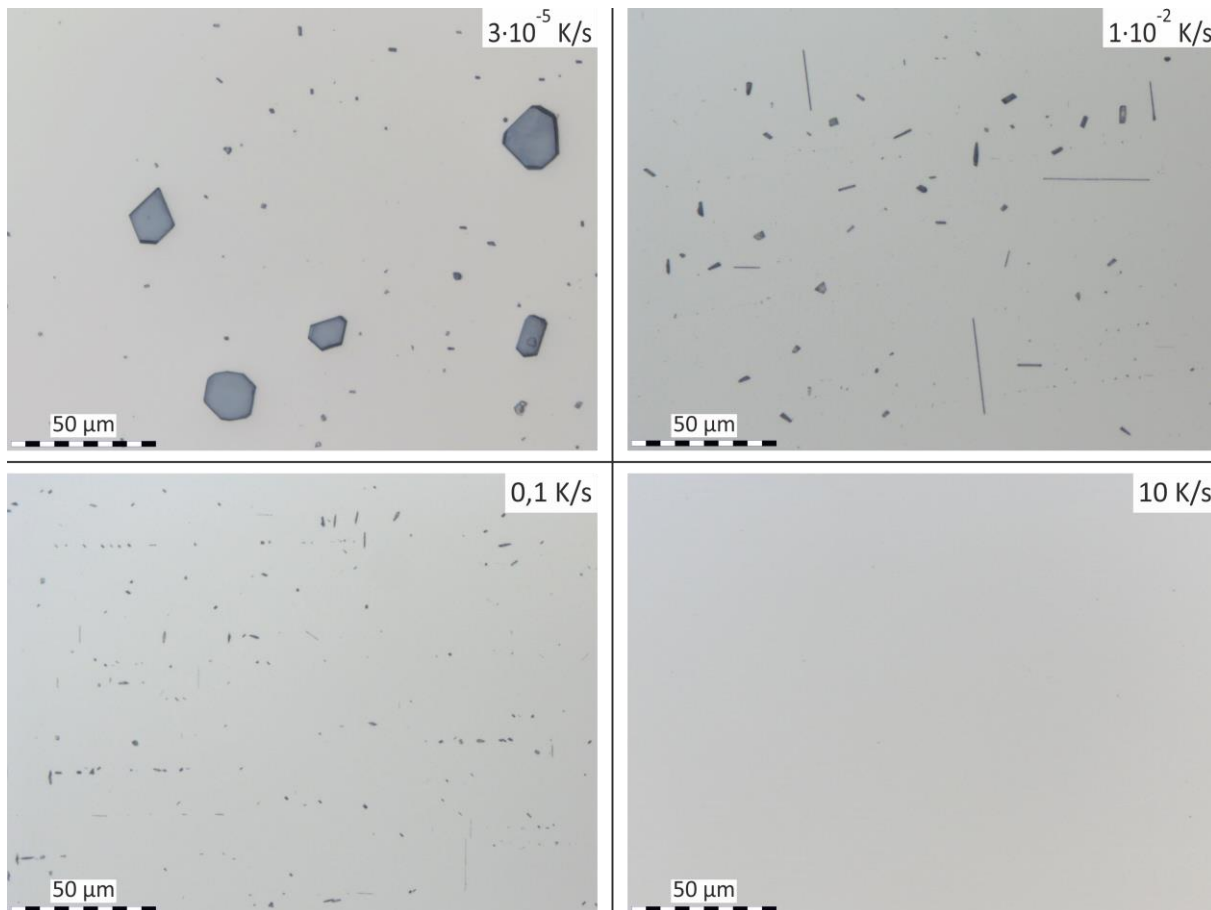


Abbildung 4.59: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlMg_{0,6}Si_{0,8} nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.

Für eine detailliertere Charakterisierung auftretender Ausscheidungsteilchen wurden TEM-Untersuchungen an Proben vorgenommen, die mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s abgekühlt worden sind. Dieser Zustand wurde gewählt, da bei dieser Kühlrate scheinbar alle wesentlichen Hauptreaktionsbereiche auftreten (Abbildung 4.58 a). Insbesondere die NT-Reaktionen (Peak a₃) weisen hinreichend große Intensität auf. Zudem sind die Ausscheidungen nach dem Kühlvorgang ausreichend klein und fein verteilt, um aussagekräftige Analysen im TEM vornehmen zu können. In Abbildung 4.60 sind BF-STEM-Abbildungen von zwei Partikeln dargestellt. Darüber hinaus wurden EDX-Punktanalysen und EDX-linescans vorgenommen. Die Positionen der EDX-Analysen sind dabei jeweils in der STEM-Aufnahme gekennzeichnet. Die gescannten Probenbereiche sind außerdem nochmals vergrößert dargestellt und Intensitätsverläufe gegenübergestellt. Die Verläufe berücksichtigen lediglich die Elemente Al, Mg und Si, da andere Elemente nicht in signifikanter Konzentration vorlagen. Die Intensitäten der EDX-Signale sind erneut normiert von 0 bis 1 dargestellt.

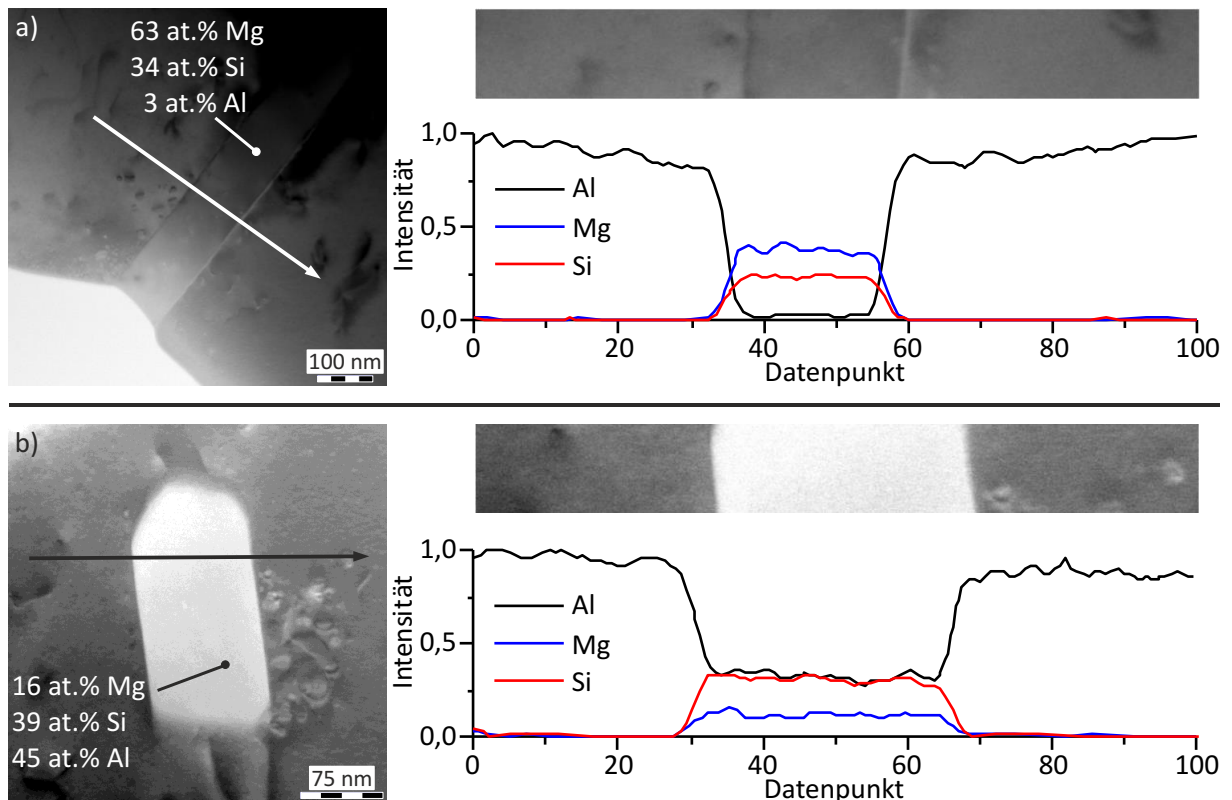


Abbildung 4.60: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen und EDX-linescans für zwei verschiedene Ausscheidungen in AlMg_{0,6}Si_{0,8} nach Abkühlung auf RT mit $T_K = 0,1$ K/s.

Die EDX-Analysen zeigen, dass beide Partikel sowohl Mg als auch Si enthalten. Die gemessenen Mg:Si-Verhältnisse der Teilchen variieren dabei jedoch. Während das erste Teilchen (a) ein Verhältnis von Mg:Si $\approx 1,9$ aufweist, wurde für das zweite Teilchen (b) ein Wert von Mg:Si $\approx 0,4$ bestimmt. In dieser Ausscheidung scheint jedoch nicht nur mehr Si als Mg vorzuliegen. Im Gegensatz zum anderen Teilchen ist in diesem Partikel auch ein nennenswerter Anteil an Al in die Verbindung integriert. Hierauf deuten sowohl die EDX-Punktanalyse als auch der EDX-linescan hin.

Neben den Mg- und Si-haltigen Ausscheidungen liegen auch reine Si-Partikel vor. Ein Beispiel hierfür ist in Abbildung 4.61 a dargestellt. Der Bildausschnitt zeigt eine Überlagerung zweier Partikel unterschiedlicher Phasen. Die EDX-Analyse weist darauf hin, dass es sich bei dem untersuchten Teilchen um reines Si handelt. Das Auftreten reiner Si-Teilchen lässt sich auf den Si-Überschuss der Legierung über die stöchiometrische Zusammensetzung Mg₂Si (Mg:Si = 1,73:1) hinaus zurückführen. Die vorgenommene Analyse in Abbildung 4.61 b deutet auf eine Mg/Si-Verbindung hin. Aufgrund der Überlagerung der Partikel lässt sich vermuten, dass eines der Teilchen als heterogene Keimstelle für die andere Ausscheidung dient. Eine Keimbildung an anderen Fremdphasen ist unwahrscheinlich. Es konnten weder Primärausscheidungen (z. B. Al_x(Fe,Si)) noch Dispersoidphasen, die in technischen Legierungen beim Homogenisierungsglühen entstehen (z. B. Al₃Fe, Al₃Zr, Al₆Mn), nachgewiesen werden.

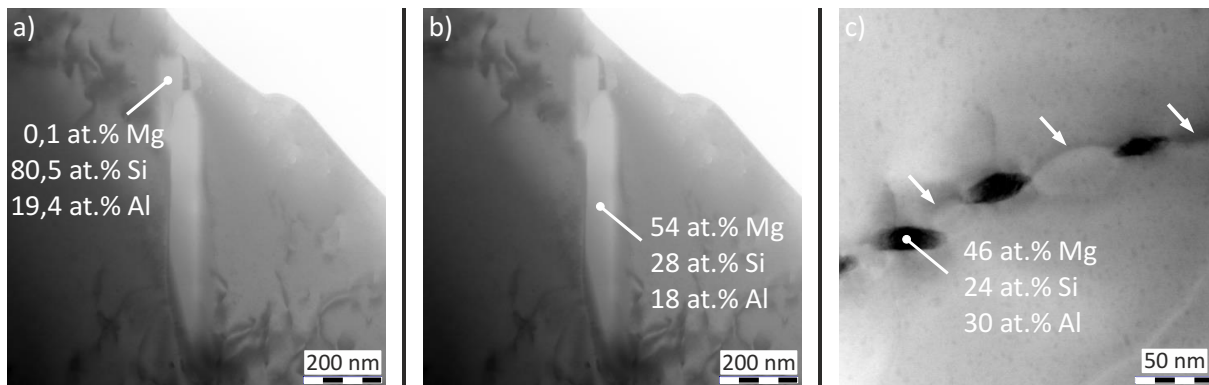


Abbildung 4.61: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen für verschiedene Ausscheidungen in $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1 \text{ K/s}$.

Auf einen weiteren Mechanismus heterogener Keimbildung weist jedoch Abbildung 4.61 c hin. Mehrfach wurden Partikel mit kleinen Abmessungen (einige 10 nm) beobachtet, die reihenförmig an dunkel kontrastierten Linienzügen (Pfeile) angeordnet sind. Die linienförmig erscheinenden Bildbereiche sind mit hoher Wahrscheinlichkeit Versetzungen. Die beim Abkühlen gebildeten Mg- und Si-haltigen Ausscheidungen können somit vermutlich auch heterogen an Versetzungslinien keimen.

Für einige Teilchen wurden Kristallstrukturuntersuchungen mittels SAED vorgenommen. In Abbildung 4.62 sind drei Bildausschnitte mit verschiedenen Ausscheidungspartikeln sowie die zugehörigen Beugungsdiagramme mit der Einstrahlrichtung $[001]_{\text{Al}}$ dargestellt. Die Punktdiagramme zeigen eine Überlagerung von Beugungsreflexen des kfz-Gitters der Al-Matrix und von Reflexen, die durch die Kristallstruktur der jeweiligen Partikel hervorgerufen werden. Die Ausscheidung aus Abbildung 4.62 a weist eine parallele Zonenachse zur Matrix auf. Für das Teilchen kann die Orientierungsbeziehung $[001]_{\text{Al}} \parallel [011]_{\beta}$ sowie $(100)_{\text{Al}} \parallel (0\bar{1}1)_{\beta}$ und $(010)_{\text{Al}} \parallel (100)_{\beta}$ angegeben werden. Neben dem Beugungsmuster eines kfz-Gitters sprechen auch andere Anzeichen dafür, dass es sich bei dem Teilchen tatsächlich um die Gleichgewichtsphase $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ handelt. Die Ausscheidung wies zum einen sehr große axiale Abmessungen von mehreren μm auf. Zum anderen stimmen die gemessenen Netzebenenabstände d_{hkl} sehr gut mit den theoretischen Werten für β (Gitterkonstante $a_{\beta} = 0,639 \text{ nm}$ [206]) überein, wie Tabelle 4.7 zeigt. Auch das durch EDX-Analyse ermittelte Mg:Si-Verhältnis dieses Teilchens (Abbildung 4.60 a) deutet auf die Zusammensetzung Mg_2Si hin. Das Vorliegen der Gleichgewichtsphase β wurde durch EDX-Analysen und Kristallstrukturuntersuchungen an weiteren groben Partikeln bestätigt. Neben der bereits genannten Orientierungsbeziehung zur Al-Matrix wurde für einige Partikel auch der Zusammenhang $[001]_{\text{Al}} \parallel [011]_{\beta}$ sowie $(110)_{\text{Al}} \parallel (01\bar{1})_{\beta}$ und $(1\bar{1}0)_{\text{Al}} \parallel (100)_{\beta}$ nachgewiesen. Die maximalen Abmessungen von β -Partikeln lagen stets im μm -Bereich, sodass sie auch in lichtmikroskopischen Aufnahmen (Abbildung 4.59) betrachtet werden können.

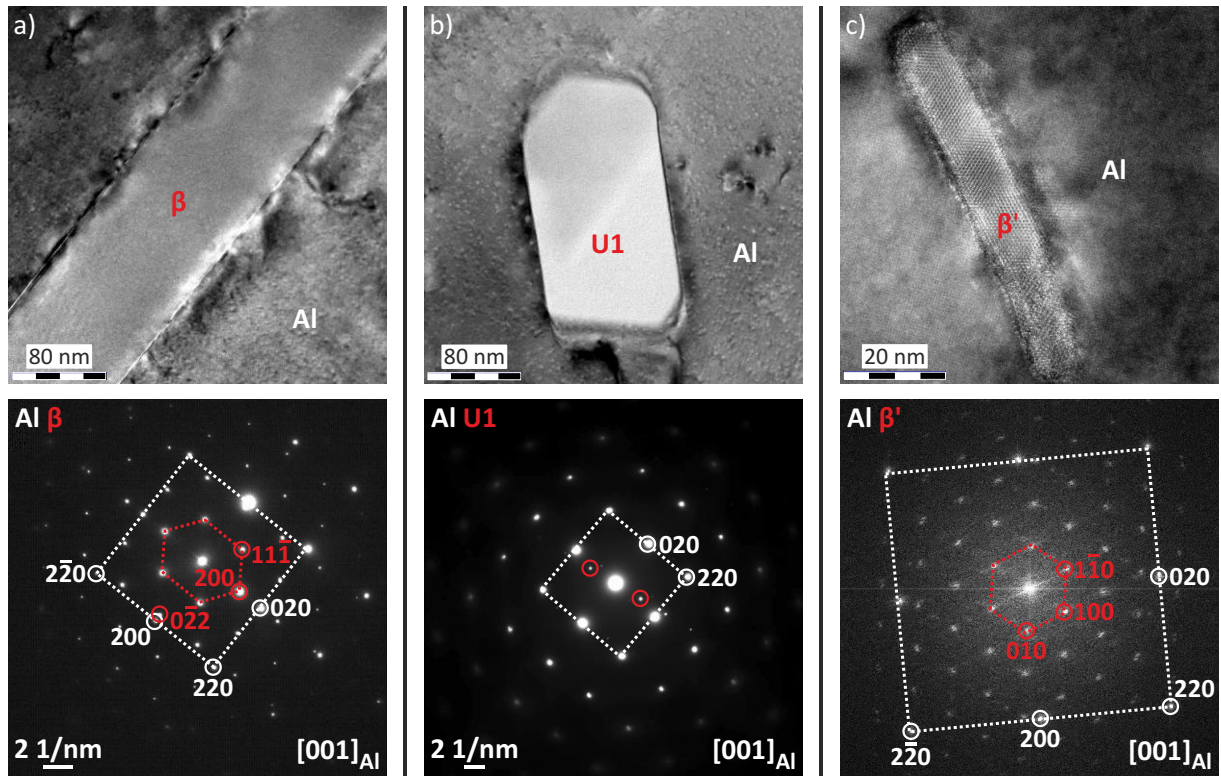


Abbildung 4.62: BF-TEM-Aufnahmen und zugehörige Beugungsmuster (SAED) mit Indizes der Beugungsreflexe vom kfz-Gitter (Al) und von den jeweiligen Ausscheidungsphasen.

- a) β - Mg_2Si (Bildung wahrscheinlich im HT-Reaktionsbereich a₁)
 b) $\text{U1-MgAl}_2\text{Si}_2$ (Bildung wahrscheinlich in NT-Reaktionsbereichen a₂ bzw. a₃)
 c) β' - $\text{Mg}_{1,8}\text{Si}$ (Bildung wahrscheinlich in NT-Reaktionsbereichen a₂ bzw. a₃)

Die Ausscheidung in Abbildung 4.62 b weist deutlich geringere Abmessungen auf. Mittels EDX wurde für dieses Teilchen zudem eine deutlich abweichende Zusammensetzung festgestellt (vgl. Abbildung 4.60 b). Da die Phase sowohl reich an Si als auch an Al ist, handelt es sich wahrscheinlich um die Vorstufenphase $\text{U1-MgAl}_2\text{Si}_2$ mit trigonaler Kristallstruktur ($a_{\text{U1}} = 0,405 \text{ nm}$, $c_{\text{U1}} = 0,674 \text{ nm}$, $\gamma_{\text{U1}} = 120^\circ$) [62]. Das Teilchen weist keine parallele Zonenachse zu $[001]_{\text{Al}}$ auf. Aus auftretenden Beugungsreflexen und aus Periodizitätsmessungen an hochaufgelösten Aufnahmen lässt sich folgern, dass die Abstände der Ebenen $(100)_{\text{U1}}$ etwa $0,3567 \text{ nm}$ betragen. Dieser Wert liegt in guter Übereinstimmung mit dem theoretischen Wert $0,3507 \text{ nm}$ ($= a_{\text{U1}} \cdot \sin(60^\circ)$) für die Phase U1, wie Tabelle 4.7 zeigt.

Tabelle 4.7: Vergleich gemessener und theoretischer Netzebenenabstände d_{hkl} vom kfz-Gitter (Al) und von Kristallgittern der Ausscheidungen aus Abbildung 4.62 a und b.

Bereich	d_{hkl} in nm					
	$(200)_{\text{Al}}$	$(220)_{\text{Al}}$	$(111)_{\beta}$	$(200)_{\beta}$	$(220)_{\beta}$	$(100)_{\text{U1}}$
theoretisch	0,2025	0,1432	0,3689	0,3195	0,2259	0,3507
Abbildung 4.62 a	0,2028	0,1432	0,3663	0,3195	0,2225	-
Abbildung 4.62 b	0,2076	0,1472	-	-	-	0,3567

Auch die Vorstufenphase β' konnte im untersuchten Wärmebehandlungszustand nachgewiesen werden (Abbildung 4.62 c). Beugungsexperimente zeigten, dass diese Teilchen parallele Zonenachsen $[001]_{\text{Al}} \parallel [001]_{\beta'}$ zur Al-Matrix besitzen. Partikel der β' -Phase wiesen

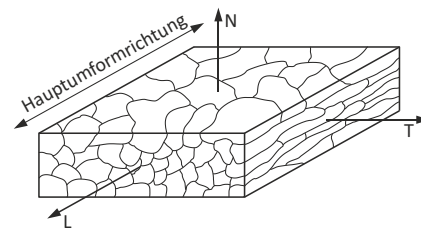
zudem eine stäbchenförmige Morphologie mit Durchmessern von etwa 10 nm auf. Ihre Längen variierten zwischen einigen 10 nm und einigen 100 nm. Die Zusammensetzung der β' -Phase wird häufig mit Mg_9Si_5 bzw. $\text{Mg}_{1,8}\text{Si}$ angegeben [206–208]. Unter Berücksichtigung der chemischen Zusammensetzung sowie der bekannten Abmessungen könnte es sich auch bei den Teilchen in Abbildung 4.61 b und c um β' handeln, da sie ein ähnliches Mg:Si-Verhältnis sowie die entsprechende Morphologie mit den genannten Abmessungen $< 1 \mu\text{m}$ besitzen.

b) Korngrößenentwicklung

Die Legierung $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ lag im AZ als stranggepresstes, quaderförmiges Vollprofil vor. Wie Tabelle 4.8 zeigt, waren die mittleren Korngrößen in allen Orientierungen etwas kleiner als bei den binären Legierungen bzw. bei Reinaluminium Al4N. Eine deutliche Vorzugsorientierung konnte im Gegensatz zu den anderen Legierungen nicht festgestellt werden.

Tabelle 4.8: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ für zwei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliffebene.

Schliffebene	mittlerer Korndurchmesser d_K in μm	
	AZ	LG-H ₂ O
T-N (Querschliff)	280	540
L-N (Längsschliff)	190	690
L-T (Flachschliff)	280	590



Eine Vorzugsorientierung wurde auch nach Lösungsglühung und Abschreckung im Wasserbad (LG-H₂O) nicht festgestellt. Somit erfolgte bei dieser Legierung Rekristallisation oder recht gleichmäßiges Kornwachstum während der Glühung bei $T_{\text{LG}} = 540 \text{ }^\circ\text{C}$. Nach der Wärmebehandlung betrug die mittlere Korngröße $d_K \approx 550 - 700 \mu\text{m}$. Auf eine Korngrößenuntersuchung nach langsamer Abkühlung im Kammerofen (LG-KO) wurde verzichtet, da bei der TMA keine Kühlratenvariation vorgenommen worden ist und nur vollständig übersättigte Werkstoffzustände (rasche Abkühlung) mechanisch geprüft worden sind. Die Ergebnisse der TMA werden im nächsten Kapitel vorgestellt.

4.4.2 Fließverhalten

Abbildung 4.63 zeigt das Festigkeits- und Fließverhalten der Legierung $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ nach überkritischer Abkühlung ($\dot{T}_K = 10 \text{ K/s} > \dot{T}_{\text{krit}}$) auf die angegebenen Umformtemperaturen. Die Fließgrenze zeigt sich relativ temperaturstabil und nimmt Werte von $\sigma_f \approx 35 - 40 \text{ MPa}$ an. Erst ab $T_V \geq 400 \text{ }^\circ\text{C}$ zeigt sich ein zunehmender Temperatureinfluss. Die Fließgrenze sinkt in diesem Bereich mit steigender Temperatur. Im Vergleich zu Reinaluminium und den binären Legierungen ist ein unterschiedliches temperaturabhängiges Verfestigungsverhalten festzustellen. Eine Temperaturerhöhung auf $T_V = 100 \text{ }^\circ\text{C}$ hat keinen signifikanten Einfluss auf die Festigkeit. Selbst bei großen Dehnungsbeträgen (z. B. $\varphi = 0,20$) werden Fließspannungswerte

von etwa 137 MPa erreicht. Im Temperaturbereich von $T_V = 100 - 300^\circ\text{C}$ kann bei geringen Dehnungen sogar eine Fließspannungserhöhung verzeichnet werden. Diese resultiert aus den hohen anfänglichen Verfestigungsrate θ_0 , wie die Kocks-Mecking-Plots in Abbildung 4.64 zeigen. Der Abfall der Verfestigungsrate mit steigender Spannung erfolgt bei hohen Temperaturen jedoch deutlich rascher, sodass die Fließspannung bei größeren Dehnungen geringer ausfällt als bei einer Verformungstemperatur von $T_V = 30^\circ\text{C}$. Eine erhebliche Abnahme der Fließspannungswerte erfolgt bei $T_V = 400^\circ\text{C}$. Insbesondere die Verformungsverfestigung kann nicht mehr effektiv ablaufen. Dynamische Erholungsprozesse scheinen bei solch hohen Temperaturen zu dominieren und führen schnell zum Erreichen einer Sättigungsspannung, die über den gesamten weiteren Verlauf der Umformung aufrecht erhalten bleibt. Unterschiedliche Verfestigungsbereiche (vgl. Abbildung 2.2 b) wie sie im tiefen Temperaturbereich auftreten (Bereich III und IV), sind nicht mehr zu unterscheiden. Im Vergleich zu Al4N und zu den Al-Si-Legierungen kann jedoch auch bei sehr hohen Temperaturen eine deutlich größere Festigkeit festgestellt werden. Die kombinierte Wirkung von gelöstem Mg und Si scheint somit stets eine Fließspannungserhöhung zu bewirken.

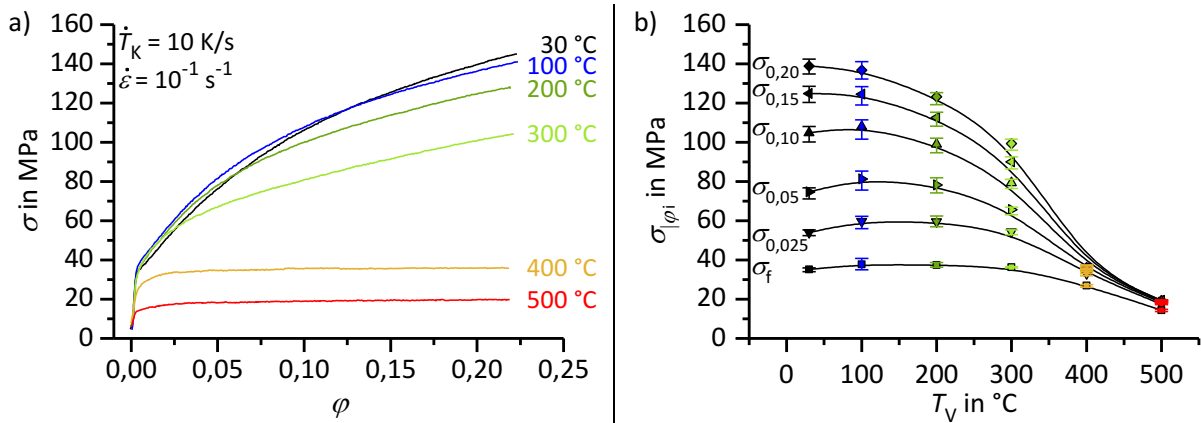


Abbildung 4.63: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a) sowie Spannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ (b) von AlMg_{0,6}Si_{0,8} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für die Dehnrate $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

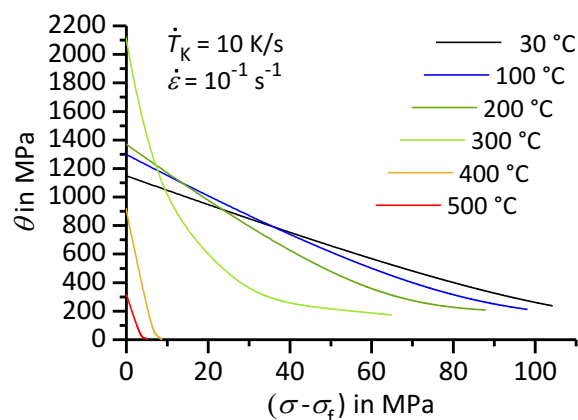


Abbildung 4.64: Kocks-Mecking-Plot von AlMg_{0,6}Si_{0,8} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für die Dehnrate $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

5 Diskussion

5.1 Mikrostrukturentwicklung der Modelllegierungen

5.1.1 Reinaluminium (Al4N) und Al-Mg-Legierungen

Ausscheidungsverhalten

Es wurde bereits darauf hingewiesen, dass eine Ausscheidungsbildung sowohl in Reinaluminium Al4N als auch in den niedriglegierten Werkstoffen AlMg0,4 und AlMg0,8 nicht möglich ist. Wie die Ergebnisse in Kapitel 4.2.1 zeigen, laufen auch in der hochlegierten Variante AlMg5 während der Abkühlung vom Lösungsglühen keine signifikanten Ausscheidungsreaktionen ab (Abbildung 4.5). In dem untersuchten Kühlgeschwindigkeitsbereich von $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s} - 2 \text{ K/s}$ wurden mittels DSC keine Reaktionen detektiert. Auch in metallografischen Schliffen konnten keine Ausscheidungspartikel festgestellt werden. Erst nach deutlich langsamerer Abkühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-4} \text{ K/s}$ wurden wenige Partikel nachgewiesen (Abbildung 4.6 c), die überwiegend auf den Korngrenzen der α -MK ausgeschieden worden sind. Diese Ergebnisse widerspiegeln die Kenntnisse aus der Literatur (Kapitel 2.1.3), nach welchen Al-Mg-Legierungen allgemein ein sehr träges Umwandlungsverhalten und bei RT meist einen Zustand der vollständigen Übersättigung aufweisen.

Bei äußerst langsamer Abkühlung bildet sich vermutlich direkt die Gleichgewichtsphase β (Al_8Mg_5). Die heterogene Ausscheidung auf den Korngrenzen wird vermutlich durch die höhere Diffusionsgeschwindigkeit von Mg-Atomen entlang der Korngrenzen begünstigt. Das Auftreten kohärenter Phasen kann weitestgehend ausgeschlossen werden, da hierfür höhere Mg-Gehalte erforderlich wären [7,15]. Vorstufenphasen (z. B. β') wären mittels DSC nachweisbar gewesen. Nach Hatch [5] beträgt die Bildungsenthalpie für Mg-Teilchen im Aluminium $\Delta H_{\text{Mg}} = 18,8 \text{ kJ/mol Mg}$. Starink et al. [20] geben die Bildungsenthalpien für zwei auftretende Phasen an. Es wurden Werte von $\Delta H_{\beta} = 15,7 \text{ kJ/mol Mg}$ und $\Delta H_{\beta'} = 11,5 \text{ kJ/mol Mg}$ ermittelt. Bereits eine Bindung von lediglich 0,1 at.% Mg in ausgeschiedenem β' würde demnach eine spezifische Ausscheidungsenthalpie von $\Delta h \approx 0,5 \text{ J/g}$ hervorrufen¹², was deutlich über der Nachweisgrenze von Reaktionen im DSC liegt. Eine Bildung der Vorstufenphase müsste daher zweifelsfrei aus den Messsignalen hervorgehen.

¹² Die spezifische Ausscheidungsenthalpie Δh lässt sich unter Berücksichtigung der molaren Masse M_{Mg} und des ausgeschiedenen Stoffmengenanteils x_{Mg} aus der Bildungsenthalpie ΔH_x der auftretenden Phase x mit folgender Gleichung abschätzen:

$$\Delta h = \frac{\Delta H_x}{M_{\text{Mg}}} \cdot x_{\text{Mg}}$$

Korngrößenentwicklung

Die Untersuchung der Korngrößen gestaltete sich für alle untersuchten Werkstoffe recht schwierig, da einerseits die Kontrastierung durch chemische Ätzung nur schwierig zu realisieren war und die allgemein hohen Korngrößen eine statistisch abgesicherte Angabe einer mittleren Korngröße erschwert. Es zeigte sich, dass insbesondere die stark verformten Zustände nur schwer zu kontrastieren sind (vgl. Abbildung 4.38). Diese Schwierigkeit bei der Präparation von hochreinen Aluminiumlegierungen mit geringer Festigkeit ist bekannt (z. B. [209]), hätte jedoch nur durch Anwendung von Barker-Ätzungen vermieden werden können. Aufgrund der Vielzahl an Proben (Variation von Werkstoff, Orientierung, Wärmebehandlungszustand) war ein solches Vorgehen jedoch nicht praktikabel. Durch den Verzicht auf eine automatische Bildanalyse konnte die Korngrößenbestimmung händisch anhand der chemisch geätzten Proben erfolgen. Die Untersuchungen zeigten, dass sowohl bei Reinaluminium als auch bei den Al-Mg-Legierungen während der Lösungsglühung eine vollständige Rekristallisation des Ausgangskorngefüges erfolgt. Der beim Kaltwalzen eingebrachte Verzerungszustand mit hoher Versetzungsdichte reicht demnach aus, um bei thermischer Aktivierung Rekristallisationsprozesse ablaufen zu lassen. Es fällt auf, dass im Ofen abgekühlte Proben (LG-KO) etwas größere mittlere Korngrößen aufweisen als Proben, die im Wasserbad abgeschreckt worden sind (LG-H₂O). Während des langsamen Kühlprozesses kommt es demnach zu einer weiteren Kornvergrößerung. Allgemein betrachtet liegt jedoch für alle Zustände grobes Korn vor. Ursache hierfür ist die hohe Reinheit der Modelllegierungen. Aufgrund der Begrenzung von Begleitelementen auf wenige ppm liegen keine feinverteilten Partikel einer anderen Phase (z. B. Primärphasen, Dispersoide) vor, die eine Verankerung der Rekristallisationsfronten bzw. Korngrenzen bewirken. Dennoch ist ersichtlich, dass sich die Korngrößen mit zunehmendem Mg-Gehalt verringern. In Lösung befindliches Mg scheint demnach ebenfalls das Kornwachstum zu verringern. Dieser Einfluss gelöster Fremdatome ist hinlänglich bekannt und in der Literatur gut dokumentiert (z. B. [1,6,85]). Während Fremdatome nur geringen Einfluss auf die Keimbildung bei Rekristallisation haben, kann die Auswirkung auf die Korngrenzengeschwindigkeit erheblich sein. Fremdatome lagern sich bevorzugt an den Korngrenzen an, sodass sie mit der Grenze mitdiffundieren müssen und dadurch eine rücktreibende Kraft auf die Korngrenzen ausüben.

5.1.2 Al-Si-Legierungen

Ausscheidungsverhalten

Aus dem binären Zustandsdiagramm (Abbildung A.2) geht hervor, dass Ausscheidungsreaktionen in der Legierung AlSi_{0,25} erst unterhalb von 400 °C zu erwarten sind, da oberhalb dieser Temperatur noch alle Legierungselementatome im α -MK gelöst werden können. Aus den DSC-Kurven in Abbildung 4.21 a ist ersichtlich, dass alle gemessenen Reaktionen tatsächlich erst unterhalb der angegebenen Löslichkeitsgrenze ablaufen. Für eine sehr langsame Kühlgeschwindigkeit von $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s liegt die Starttemperatur für erste Reaktionen

bei etwa 350 °C, sodass die Unterkühlung ΔT zur Temperatur der Gleichgewichtsumwandlung etwa 50 K beträgt. Selbst bei der langsamsten in-situ untersuchten Kühlrate konnte dabei nur ein Hauptreaktionsbereich (Peak a) festgestellt werden. Mit zunehmender Kühlrate erfolgt eine Verschiebung der Peakmaxima zu tieferen Temperaturen, wobei die Reaktionen gleichzeitig zunehmend unterdrückt werden.

Die Ergebnisse der indirekten Versuchsführung deuten an, dass auch bei AlSi_{0,25} generell zwei getrennte Reaktionsbereiche auftreten können. Die Wiedererwärmversuche (Abbildung 4.24 a) zeigen, dass nach vorangegangener Abkühlung mit $\dot{T}_K = 3 \cdot 10^{-5}$ K/s zwei unterscheidbare Auflösungsprozesse (B₁ und B₂) ablaufen. Dies legt den Schluss nahe, dass bei hinreichend langsamer Abkühlung zwei unterschiedliche Partikelpopulationen mit unterschiedlichen Eigenschaften gebildet werden. Unter Berücksichtigung der Mikrostrukturergebnisse an AlSi_{0,7} werden dabei jedoch vermutlich ausschließlich Si-Teilchen ausgeschieden. Das grundsätzliche Ausscheidungsverhalten ähnelt somit der höher legierten Variante, während sich die Ausscheidungskinetik mit abnehmendem Si-Gehalt erheblich verlangsamt. Die geringere Abschreckempfindlichkeit von AlSi_{0,25} wird auch anhand der kritischen Abschreckgeschwindigkeit ($\dot{T}_{\text{krit}} \approx 5 \cdot 10^{-2}$ K/s) deutlich. Sie liegt um etwa eine Größenordnung niedriger als bei der Legierung AlSi_{0,7}. Für die sehr geringe kritische Abschreckgeschwindigkeit sprechen auch die von Zhao und Holmedal [102] durchgeführten Untersuchungen an einer binären Al-Si-Legierung mit einem Si-Anteil von 0,5 ma.%. Nach Abkühlung an Luft ($\approx 0,75$ K/s) im Anschluss an eine Homogenisierung (560 °C, 6 h) konnten mittels TEM lediglich eisenhaltige Primärausscheidungen, jedoch keine Sekundärausscheidungen nachgewiesen werden.

Für die kritische Abschreckgeschwindigkeit von AlSi_{0,7} wurde ein Wert von $\dot{T}_{\text{krit}} = 0,5 - 1$ K/s bestimmt. Dieser Wert lässt sich auf Grundlage bisheriger Publikationen jedoch nicht verifizieren. Widersprüchlich hierzu gestalten sich die von Hälldahl präsentierten Ergebnisse an einer binären Al-Si-Legierung mit 0,8 ma.% Si [60]. Trotz des etwas höheren Legierungsgehaltes konnten dort bei einer Kühlrate von $\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-2}$ K/s mittels DSC keine exothermen Reaktionen nachgewiesen werden. Die vorliegenden Messdaten weisen hingegen einen deutlichen NT-Peak für diese Kühlrate auf (Abbildung 4.22 a). Da die Entwicklung der einzelnen Reaktionen anhand der hier vorgestellten DSC-Abkühlkurven über einen sehr großen Kühlgeschwindigkeitsbereich nachvollzogen werden kann und die Ergebnisse trotz Verwendung unterschiedlicher DSC-Geräte und Probengeometrien ein sehr kontinuierliches und schlüssiges Gesamtbild vermitteln, ist davon auszugehen, dass der hier ermittelte Wert für \dot{T}_{krit} korrekt ist. Hierauf deuten auch alle metallografischen Untersuchungen hin. Hälldahl gibt in seiner Veröffentlichung hingegen keine genauen Auskünfte zur Aufbereitung der Messdaten. Auf eine grafische Darstellung der Abkühlkurven wurde dort ebenfalls verzichtet. Es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass die kritische Abschreckgeschwindigkeit der in [60] untersuchten Legierung tatsächlich tiefer liegt. Neben der Charginabhängigkeit von \dot{T}_{krit} könnte auch die Mikrostruktur des Werkstoffes hierfür verantwortlich sein. Denkbar ist

vor allem ein Unterschied in der Keimstellendichte, welche beispielsweise von der Korngröße, der Versetzungsdichte oder von vorliegenden Primärphasenteilchen bzw. Dispersoiden beeinflusst wird und somit maßgeblich von der Herstellung und Vorbehandlung des Materials abhängt.

Die Temperatur des Ausscheidungsbeginns in AlSi0,7 für eine gleichgewichtsnahen Abkühlung lässt sich mithilfe des Phasengleichgewichtsdiagramms Al-Si abschätzen. Sie beträgt etwa 485 °C. Anhand der DSC-Abkühlkurven dieser Legierung wird deutlich, dass zu Beginn der Abkühlung vom Lösungsglühen ein ausgeprägter reaktionsfreier Bereich vorliegt. Bei langsamer Abkühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s wurde eine Starttemperatur der HT-Reaktionen (Peak a₁) von 475 °C ermittelt, sodass bei dieser Rate eine geringe Unterkühlung um $\Delta T \approx 10$ K vorliegt. Bei langsamerer Abkühlung ist somit nur noch eine leichte Erhöhung der Temperatur für den Ausscheidungsbeginn um wenige Kelvin zu erwarten. Der mit zunehmender Kühlrate kontinuierliche Abfall der Starttemperatur ist auf eine größere Unterkühlung zurückzuführen. Dieses Verhalten ist charakteristisch für diffusionsabhängige Umwandlungsreaktionen (vgl. Kapitel 2.1.1).

Aus dem übersättigten Zustand kann nach Unterschreitung der Löslichkeitsgrenze nur Si ausgeschieden werden. Verbindungsphasen mit anderen Elementen sind aufgrund der hohen Reinheit der untersuchten Legierungen nicht zu erwarten. Da für das System Al-Si nur die Ausscheidung reinen Siliziums mit kubischer Diamantstruktur bekannt ist, sollte sich bei Ausscheidung dieser Phase nur eine Reaktion in den DSC-Kurven wiederfinden. Bereits bei direkter Versuchsführung (Abbildung 4.22) konnten für AlSi0,7 jedoch zwei klar zu unterscheidende Hauptreaktionsbereiche nachgewiesen werden. Ein solches Reaktionsverhalten wurde bislang für Al-Si-Legierungen nicht berichtet. Die DSC-Abkühlkurven weisen damit ein sehr ähnliches Verhalten zu technischen Al-Mg-Si-Legierungen auf, die intensiv von Milkereit [160] untersucht worden sind. Dabei wurden für Legierungen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen jeweils mindestens zwei Reaktionsbereiche festgestellt. Die in Abbildung 4.22 wahrgenommene Verschiebungscharakteristik der jeweiligen Peakmaxima lässt sich auch in den DSC-Kurven solcher technischen Legierungen wiederfinden. Es ist davon auszugehen, dass die zwei nachweisbaren Hauptreaktionsbereiche in Konkurrenz zueinander stehen. Besonders deutlich wird dies an der Tatsache, dass die NT-Reaktionen mit zunehmender Unterdrückung der HT-Reaktionen zunächst an Intensität gewinnen. Erklärbar ist dieser Umstand dadurch, dass bei Unterdrückung der HT-Reaktionen deutlich mehr Legierungselementatome für Reaktionen bei tieferen Temperaturen zur Verfügung stehen. Bei sehr langsamen Kühlgeschwindigkeiten werden die Legierungselementatome in den sich bildenden Ausscheidungsteilchen der HT-Reaktionen gebunden. Mit höherer Kühlrate und steigender Unterkühlung bleiben mehr Atome im α -MK gelöst. Erst bei tieferen Temperaturen wird die treibende Kraft für den Zerfall des MK so groß, dass es zur weiteren Ausscheidungsbildung kommt. Mit weiterer Erhöhung der Kühlgeschwindigkeit werden auch diese

Reaktionen zunehmend unterdrückt, bis die legierungsspezifische, kritische Abkühlgeschwindigkeit erreicht ist. Durch die zunehmende Unterdrückung der HT-Reaktionen und den damit verbundenen Anstieg der Übersättigung des MK vor Beginn der NT-Reaktionen steigt zudem die Solvustemperatur der NT-Teilchen, so wie es in einem System mit steigender Temperatur zunehmender Löslichkeit zu erwarten ist.

Auf Basis der bereits umfangreich untersuchten Ausscheidungssequenz von Al-Mg-Si-Legierungen führt Milkereit die unterschiedlichen Reaktionsbereiche auf die Ausscheidung verschiedener Phasen zurück, die sich sowohl in ihrer chemischen Zusammensetzung als auch ihrer Struktur unterscheiden. Die zwei Hauptreaktionsbereiche bei Abkühlung von AlSi_{0,7} gehen jedoch nicht auf die Ausscheidung unterschiedlicher Phasen zurück, wie die Mikrostrukturuntersuchungen deutlich gezeigt haben. Scheinbar werden Si-Partikel unterschiedlicher Morphologie ausgeschieden (Abbildung 4.31). Während bei hohen Temperaturen überwiegend globulare Partikel gebildet werden, kommt es während der NT-Reaktionen zur Ausscheidung von dünnen Platten mit polygonaler Geometrie. Sowohl EDX-Analysen als auch Beugungsaufnahmen im TEM lassen keinen Zweifel daran, dass es sich dennoch stets um reines Si mit kd-Struktur handelt. Das Auftreten von Si-Teilchen mit unterschiedlicher Morphologie wurde bereits in anderen Publikationen beschrieben (siehe Kapitel 2.1.3). Die Ergebnisse dieser Arbeit stehen in guter Übereinstimmung zu den Kenntnissen von Lasagni et al. [59]. Nach Abkühlung auf RT im Anschluss an eine Lösungsglühung wurden dort sowohl inkohärente, globulare Teilchen als auch plattenförmige Ausscheidungen nachgewiesen. Während die globularen Teilchen bei Verringerung der Kühlrate deutlich größere Abmessungen aufwiesen, nahm die Anzahl plattenförmiger Partikel erheblich ab. Dieses Verhalten spiegelt sich in den angefertigten Schliffbildern der Abbildung 4.27 wider. Die Ausbildung plattenförmiger Partikel (z. T. mit hexagonaler Form) wurde von verschiedenen Autoren auch für andere Wärmebehandlungszustände nachgewiesen und ist auf das ausgeprägte anisotrope Wachstum von Kristallen mit kd-Struktur zurückzuführen [47]. Da das kd-Gitter eine geringere Packungsdichte und daraus resultierend ein größeres spezifisches Volumen als das kfz-Gitter aufweist, gehen mit der Bildung von Si-Partikeln hohe Grenzflächenspannungen einher [30]. Die Ausbildung plattenförmiger Partikel lässt sich damit erklären, dass auftretende Verzerrungsspannungen und somit die Verzerrungsenergie bei dieser Morphologie am geringsten ausfällt [1].

Der Keimbildungsmechanismus bleibt jedoch umstritten. Da in den untersuchten Legierungen kaum Primär- oder Dispersoidphasen vorliegen und die Ausscheidung der Teilchen unabhängig von der Kühlrate überwiegend im Korninnern erfolgt, ist davon auszugehen, dass homogene Keimbildung vorherrscht. Dennoch wurden in mittleren Bereichen der plattenförmigen Ausscheidungen häufig dunkle, clusterartige Stellen beobachtet (z. B. Abbildung 4.32 b). Es ist denkbar, dass der in der Literatur beschriebene Mechanismus einer Leerstellenkondensation zu Versetzungsringen vorliegt. Die Agglomeration von Leerstellen könnte dann als Keimstelle für eine Anlagerung von Si-Atomen dienen. Möglicherweise sind

diese Cluster nicht wachstumsfähig und dienen nachfolgend als heterogene Keimstelle für die Si-Platten. Auch eine homogene Bildung von Si-Clustern, die nachfolgend als heterogene Keimstellen dienen, kann nicht ausgeschlossen werden.

Anhand der durchgeführten TEM-Analysen konnten verschiedene Orientierungsbeziehungen der Platten zur Matrix festgestellt werden, die auch von anderen Autoren berichtet worden sind. Sehr große Übereinstimmungen ergeben sich zur detaillierten Betrachtung von Marioara et al. [52]. Zwar wurde dort eine etwas höher legierte Variante (1,3 at.% Si) in anderen Wärmebehandlungszuständen (warmausgelagert) untersucht, dennoch wurden auch dort Si-Partikel mit unterschiedlicher Morphologie und verschiedenen Orientierungsbeziehungen nachgewiesen. In [52] wird darauf hingewiesen, dass Teilchen als nadelförmig bzw. stabähnlich erscheinen können, es sich dabei jedoch um dünne Platten handelt. Dies wurde durch die eigenen Arbeiten auch für beim Abkühlen gebildete Partikel bestätigt (Abbildung 4.34). Marioara et al. geben außerdem zwei mögliche Orientierungsbeziehungen an, die mit den vorgestellten Ergebnissen in Kapitel 4.3.1 in Einklang stehen.

Die definierten Orientierungsbeziehungen zahlreicher Teilchen zur Al-reichen Matrix deuten darauf hin, dass die beim Kühlen ausgeschiedenen Partikel zunächst (Teil-)Kohärenz aufweisen, welche mit voranschreitendem Wachstum verloren geht. Dies bestätigt die Forschungsergebnisse von Nakagawa et al. [35], welche eine Bildung plattenförmiger Si-Kristalle mit teilkohärenten Grenzflächen nahelegen. Segers et al. [46] berichten vom Einbau periodisch angeordneter Versetzungsstrukturen in die Grenzflächen. Dies ist eine Charakteristik teilkohärenter Grenzflächen und zugleich ein Indiz dafür, dass Fehlpassungen zwischen Si-Partikeln und der Matrix ausgeglichen werden.

Die abweichende Morphologie der HT-Partikel lässt sich durch verschiedene Ansätze erklären. Aus den Grundlagen der klassischen Keimbildungs- und Wachstumstheorie ist bekannt, dass die Geometrie der gebildeten Partikel von der Temperatur abhängt [4]. Die Morphologie wird neben dem Keimbildungsmechanismus auch maßgeblich durch den Grenzflächen- und Verzerrungsanteil der freien Enthalpie bestimmt (Gleichung 2.1). Plattenförmige Teilchen weisen eine geringe Verzerrungsenergie auf und bilden sich, wenn der verzerrungsabhängige Term der freien Enthalpie der limitierende Faktor der Phasenumwandlung ist. Wird die Umwandlung hingegen überwiegend durch die Bildung neuer Grenzflächen gehemmt, entstehen globulare Teilchen mit geringem Seitenverhältnis. Dies ist durch das geringe Oberflächen/Volumen-Verhältnis dieser Geometrie zu erklären und scheint im betrachteten Fall der HT-Partikel vorzuliegen. Es ist auch denkbar, dass die volumetrische Fehlpassung zwischen Ausscheidung und Matrix bei hohen Temperaturen geringer ausfällt und somit geringere Verzerrungsspannungen auftreten. Gleichzeitig liegt bei hohen Temperaturen eine größere Leerstellenkonzentration vor. Hierdurch wird einerseits homogene Keimbildung begünstigt. Andererseits könnte mehrdimensionales Wachstum der Ausscheidungsphasen durch die begünstigten Diffusionsbedingungen gefördert werden. Für das Kristallwachstum von Ge- und Si-Dendriten (beide kd-Gitterstruktur) ist zudem ein weiterer

Mechanismus bekannt, welcher an das Vorhandensein von Zwillingsgrenzen geknüpft ist [210–212]. Danach liegen die Zwillings Ebenen typischerweise parallel zu $\{111\}$ -Ebenen und trennen zwei spiegelbildlich angeordnete Kristallbereiche der Phase voneinander ab. An den Zwillings Ebenen entstehen abgewinkelte Rinnen, sogenannte re-entrant edges. Die Rinnen stellen bevorzugte Orte für die Anlagerung von Fremdatomen dar, sodass durch die Zwillingsbildung ein anschließendes Kristallwachstum in andere kristallografische Richtungen als zuvor ermöglicht wird. Der als twin plane re-entrant edge (TPRE)-Mechanismus bezeichnete Vorgang ermöglicht somit mehrdimensionales Wachstum. Es ist denkbar, dass weitere Rinnen entstehen, die erneut als Senken für Fremdatome wirken [213]. Somit kann vermutet werden, dass sich zunächst plattenförmige Si-Kristalle durch anisotropes Wachstum bilden. Auftretende Grenzflächenspannungen, resultierend aus der Fehlpassung zwischen Partikel und Matrix, könnten durch die Bildung von Zwillingen reduziert werden [1], wodurch letztlich Kristallwachstum in andere Orientierungen durch den TPRE-Mechanismus ermöglicht wird.

Unbestritten ist, dass der ausgeschiedene Volumenanteil an Si von der Kühlgeschwindigkeit abhängt, was sich bereits aus der unterschiedlichen Intensität der Hauptreaktionsbereiche und der damit verknüpften Enthalpieänderung ableiten lässt. Auch LM-Aufnahmen zeigen, dass sich der Volumenanteil an Ausscheidungspartikeln mit abnehmender Kühlrate erhöht (Abbildung 4.27). Die Anzahl von Ausscheidungsteilchen nimmt mit steigender Kühlrate hingegen zu. Für Kühlraten, bei denen NT-Reaktionen dominieren, lässt sich eine deutlich größere Anzahl und dadurch feinere Verteilung von Partikeln feststellen. Erst mit zunehmender Unterdrückung der NT-Reaktionen nimmt die Anzahl der Teilchen aufgrund des immer geringeren Ausscheidungsvolumengehaltes wieder ab. Das festgestellte Ausscheidungsverhalten entspricht den theoretischen Erwartungen, die in Kapitel 2.1.1 vorgestellt wurden. Der Prozess einer Festphasenumwandlung ist neben der Keimbildungsrate \dot{N} auch von der Wachstumsrate \dot{G} abhängig. Wie in Abbildung 2.1 dargestellt, liegen bei geringer Unterkühlung ΔT minimale Werte der Keimbildungsrate vor. Die Wachstumsrate für Partikel einer zweiten Phase ist aufgrund der günstigen Diffusionsbedingungen hingegen sehr hoch. Da die HT-Reaktionen nahe der Gleichgewichts-Solvustemperatur ablaufen, bilden sich wenige, dafür jedoch große Bereiche der neuen Phase (hier: reines Si). Die vergleichsweise geringe Anzahl und hohe Größe der HT-Partikel bestätigen dies. Mit steigender Unterkühlung, die durch eine Erhöhung der Kühlrate bewirkt wird, nimmt die Keimbildungsrate zu, während sich die Wachstumsrate kontinuierlich verringert. Aufgrund der Vielzahl stabiler Keime, liegt nach Abschluss der Umwandlungsreaktionen eine größere Anzahl an Teilchen im Gefüge vor. Ihre Abmessungen weisen jedoch kleinere Werte auf.

Durch Anwendung der indirekten Versuchsführung konnte der untersuchbare Kühlgeschwindigkeitsbereich um über eine Größenordnung hin zu niedrigeren Raten erweitert werden. Die erzielten Ergebnisse (Abbildung 4.25) fügen sich sehr gut in das Gesamtbild ein, welches aus den in-situ Experimenten in Kombination mit den Mikrostrukturuntersuchungen

resultiert. Wie bei der Legierung AlSi0,25 treten beim Wiedererwärmen zuvor langsam abgekühlter Proben zwei eindeutig voneinander unterscheidbare Reaktionsbereiche (B_1 und B_2) auf. Dies legt die Vermutung nahe, dass NT- und HT-Partikel trotz identischer Kristallstruktur unterschiedliche thermische Stabilität aufweisen. Die Teilchen werden daher in verschiedenen Temperaturbereichen wieder aufgelöst. Mit der gewählten Wiedererwärmrate $\dot{T}_{WE} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ K/s}$ können selbst im überkritisch abgeschreckten Zustand (H_2O) zwei Ausscheidungsreaktionen (Peaks a_1 und a_2) nachgewiesen werden. Die identische Enthalpieänderung der exothermen und endothermen Reaktionen für diesen Zustand zeigen, dass alle Ausscheidungen, die gebildet werden, bei Erreichen der erwärmratenspezifischen Solvustemperatur wieder aufgelöst sind. Weder bei der Abkühlung im Wasserbad noch bei der Zwischenlagerung vor Durchführung des DSC-Versuchs kam es zu einer Entmischung des übersättigten Zustandes. Die bestimmten erwärmratenspezifischen Solvustemperaturen liegen für alle Ausgangszustände oberhalb der Phasengrenze des Gleichgewichtsdiagramms. Die Verschiebung der Solvustemperatur zu höheren Temperaturen bei zuvor geringerer Kühlrate zeigt die zunehmende thermische Stabilität der gebildeten Ausscheidungsphasen. Da Peak B_2 ebenfalls an Intensität gewinnt, kommt es in diesem Reaktionsbereich zur Auflösung der HT-Partikel. Reaktionsbereich B_1 kann hingegen der Auflösung von NT-Partikeln zugeschrieben werden. Mit abnehmender Kühlrate verliert der Peak an Intensität, da nach langsamer Kühlung überwiegend HT-Partikel vorliegen.

In der Literatur wurde bislang nicht von der Unterscheidung zweier endothermer Reaktionsbereiche berichtet. Es ist jedoch bekannt, dass die Intensität und das Erscheinungsbild der endothermen Reaktionen bei DSC-Messungen von der Größe der Si-Teilchen abhängen [50]. Wiedererwärmversuche an unterschiedlichen Ausgangszuständen wurden ebenfalls von Hälldahl [60] an einer binären Legierung mit 0,8 ma.% Si vorgenommen. Die grundlegende Sequenz von exothermen und endothermen Reaktionen bis zum Erreichen der Solvustemperatur zeigte sich auch dort. Allerdings trat jeweils nur ein Reaktionsbereich in Erscheinung. Dies lässt sich auf die deutlich schnellere Erwärmrate von $\dot{T}_{WE} \approx 0,167 \text{ K/s}$ zurückführen.

Die wesentlichen Erkenntnisse über die Mikrostrukturentwicklung beim Abkühlen (DSC-Untersuchungen, Mikrostrukturanalytik, Modellierung) können zusammengefasst in einem kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm dargestellt werden. Für die untersuchte Modelllegierung AlSi0,7 ist ein solches Diagramm in Abbildung 5.1 dargestellt. Das Diagramm verdeutlicht den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit nach dem Lösungsglühen auf das Ausscheidungsverhalten der Legierung. In Abhängigkeit von Zeit und Temperatur sind Umwandlungsbereiche gekennzeichnet, die zu Änderungen der Mikrostruktur infolge der Wärmebehandlung führen. Die auftretenden Umwandlungsvorgänge können entlang der eingezeichneten Abkühlkurven abgelesen werden. Es wird nochmals deutlich, dass über einen großen Kühlratenbereich zwei Reaktionsbereiche (a_1 und a_2) auftreten können, in welchen Si-Teilchen unterschiedlicher Morphologie (HT- bzw. NT-Partikel) ausgeschieden werden. Da sich die Temperaturbereiche der Reaktionsbereiche

teilweise überschneiden (vgl. Abbildung 4.22 a), kann keine genaue Temperatur bestimmt werden, die den Wechsel zwischen den Reaktionen definiert. Die ratenabhängige Temperatur, bei dem der Wechsel von überwiegend HT-Reaktionen zu überwiegend NT-Reaktionen erfolgt, ist daher abgeschätzt worden und mit einer gestrichelten Linie eingezeichnet. Bei (legierungsspezifisch) schnellen Kühlraten sind die HT-Reaktionen unterdrückt und es laufen lediglich NT-Reaktionen ab. Die kritische Abkühlgeschwindigkeit kann mit $\dot{T}_{\text{krit}} \approx 1 \text{ K/s}$ abgeschätzt werden.

Um den Einfluss der Abkühlbedingungen auf die mechanischen (Gebrauchs-)Eigenschaften aufzuzeigen, ist es bei technischen Legierungen üblich, die Härte nach einer angeschlossenen, legierungsspezifischen Wärmebehandlung (z. B. Warmauslagerung) in Abhängigkeit der Kühlrate in das Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm einzutragen. Da es sich bei AlSi0,7 um eine nicht aushärtbare Modelllegierung handelt wurde von diesem Vorgehen abgesehen. Stattdessen sind die mittels DSC bestimmten Enthalpieänderungen $|\Delta h_K|$ nach Abkühlung auf RT angegeben. Die Werte nehmen ausgehend von der überkritischen Kühlung ($|\Delta h_K| = 0 \text{ J/g}$) mit abnehmender Kühlrate kontinuierlich zu. Der in Lösung verbleibende Anteil an Si-Atomen c_K verringert sich dementsprechend. Die mittels Modellierung in Kapitel 4.3.2 bestimmten Werte für c_K sind ebenfalls im Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm vermerkt. Die Modellierungsergebnisse sollen nachfolgend im Detail diskutiert werden.

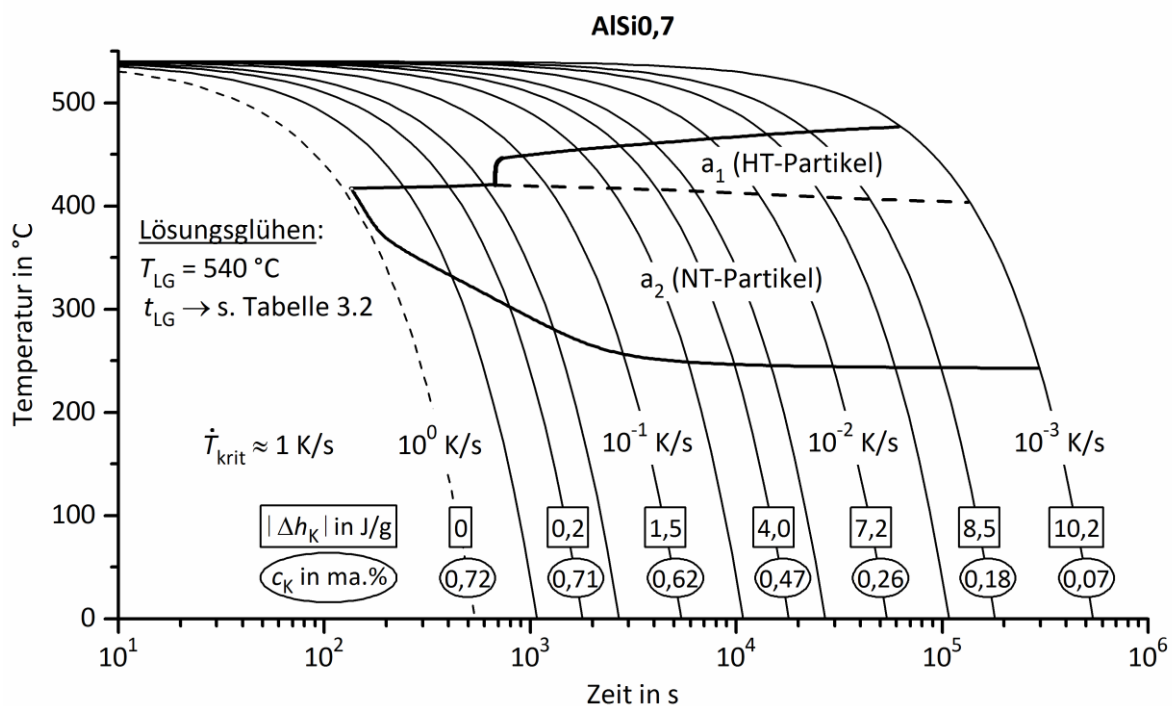


Abbildung 5.1: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung AlSi0,7.

Die Modellierung erfolgte auf Basis grundlegender Ansätze zur Beschreibung der Kinetik von Festphasenumwandlungen (Kapitel 2.1.4). Mit einer angepassten Funktion nach Starink und Zahra ist es gelungen, die Kühlratenabhängigkeit der Ausscheidungsenthalpie analytisch zu beschreiben (siehe Kapitel 4.3.2). Die Kurvenfits nach Gleichung 4.1 bilden die Messdaten beider Al-Si-Legierungen außerordentlich gut ab, wie Abbildung 4.39 zeigt. Mit dem physikalisch basierten Modellansatz konnte zunächst die maximal mögliche Enthalpieänderung bei gleichgewichtsnaher Abkühlung $|\Delta h_{K_max}|$ bestimmt werden. Für die Legierung AlSi0,7 ergibt sich ein Wert von $|\Delta h_{K_max}| = 11,6 \text{ J/g}$. Die Literaturangaben zur Bildungsenthalpie von Si in Al schwanken. Für ΔH_{Si} sind Werte von 48,2 kJ/mol Si [59], 49,4 kJ/mol Si [5] und 50,2 kJ/mol Si [55] zu finden. Auf Grundlage dieser Angaben ist eine maximale spezifische Ausscheidungsenthalpie von $|\Delta h_{K_max}| = 11,8 - 12,3 \text{ J/g}$ zu erwarten¹³. Der modellierte Wert stimmt somit gut mit den Angaben aus anderen Publikationen überein.

Da bei der Abkühlung auftretende exotherme Reaktionen direkt an die Ausscheidung von reinem Si geknüpft sind, lässt sich ein direkter Zusammenhang zwischen gemessener Enthalpieänderung und in Lösung verbleibendem Si herstellen (Gleichung 4.2). Dadurch ist es gelungen, die Fremdatomkonzentration der Matrix in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit und der Temperatur zu beschreiben (Kapitel 4.3.2). Durch Festlegung von Wärmebehandlungsparametern konnten definierte MK-Zustände eingestellt werden, die anschließend mit drei Validierungsmethoden geprüft worden sind. Die experimentell bestimmten Lösungsgehalte zeigten für alle untersuchten Wärmebehandlungszustände gute Übereinstimmungen (Abbildung 4.45, Abbildung 4.46) mit den Modellvorhersagen.

Eine quantitative Mikrostrukturanalyse war unter Anwendung von Lichtmikroskopie möglich, sodass ausgeschiedene Volumenanteile von Si-Partikeln bestimmt werden konnten. Der qualitative Verlauf der ermittelten Werte entspricht dem modellierten, kühlratenabhängigen Verlauf. Unsicherheiten bei der experimentellen Bestimmung ergeben sich insbesondere durch die Binarisierung bei der Bildanalyse und die ungleichmäßige Verteilung grober Partikel im Probenvolumen. Diesen Problemen wurde mit der Auswertung einer großen Probenoberfläche begegnet ($\approx 10^7 \mu\text{m}^2$ pro Zustand), um eine statistische Absicherung zu erhalten. Auch wenn nicht sichergestellt ist, dass bei diesem Verfahren der korrekte Flächenanteil an Si-Ausscheidungen kontrastiert wird, zeigte sich auch quantitativ eine gute Übereinstimmung zu den Modellvorhersagen.

¹³ Die spezifische Ausscheidungsenthalpie Δh lässt sich unter Berücksichtigung der molaren Masse M_{Si} und des ausgeschiedenen Stoffmengenanteils x_{Si} aus der Bildungsenthalpie ΔH_x der auftretenden Phase x mit folgender Gleichung abschätzen:

$$\Delta h = \frac{\Delta H_x}{M_{Si}} \cdot x_{Si}$$

Die Bestimmung der Si-Konzentration der Matrix durch Atomsondenmessungen stellt ein deutlich schwierigeres Verfahren dar, welches mit zahlreichen Limitierungen und Unsicherheiten behaftet ist. An erster Stelle ist die komplexe Probenfertigung zu nennen, die erheblichen Einfluss auf das Analyseergebnis nehmen kann. Die Proben wurden daher nach einem bewährten Standardverfahren gefertigt (Abbildung 3.6) und vor Durchführung der Versuche einer optischen Prüfung unterzogen. Proben, welche den geometrischen Anforderungen nicht entsprachen oder Si-Partikel in Spitzennähe aufwiesen, wurden nicht untersucht. Hiermit sollte sichergestellt werden, dass das analysierte Probenvolumen als repräsentativ angesehen werden kann. Neben der komplizierten Probenfertigung für eine Analyse in der Atomsonde können folgende Aspekte Auswirkungen auf die Messung nehmen oder eine Interpretation der Messergebnisse erschweren. Ein generelles Problem der Messmethodik besteht in der Tatsache, dass sich mit heutigen Detektoren lediglich nur etwa 60 % der auftreffenden Ionen nachweisen lassen [172]. Die Detektion erfolgt dabei jedoch unselektiv, sodass die Quantifizierung unterschiedlicher Atomarten nicht verzerrt wird. Auch wenn eine höhere Detektionseffizienz wünschenswert ist, kann sie für die meisten Anwendungen als ausreichend gut betrachtet werden. Unsicherheiten ergeben sich auch durch die richtungsabhängige Auflösung sowie durch Annahmen, welche dem Rekonstruktionsprozess der Atompositionen zu Grunde liegen. Pogatscher et al. [184] weisen zudem darauf hin, dass die Untersuchung Si-haltiger Aluminiumlegierungen besonderer Vorsicht bedarf. Detaillierte Untersuchungen an der Legierung AlSi0,7 haben gezeigt, dass die Parameter der APT-Analyse Einfluss auf die Ergebnisse haben kann. Insbesondere die Proben temperatur spielt eine Rolle. Es konnte nachgewiesen werden, dass Si-Atome im Verlauf der Messung ihre homogene Verteilung im MK verlieren können. Durch Wanderung der Si-Atome kommt es dabei zur Anreicherung bzw. Verarmung von Fremdatomen in unterschiedlichen kristallografischen Bereichen des Al-Gitters. Wahrscheinlich ist die Si-Migration auf thermische Aktivierung durch die Feldverdampfung zurückzuführen. Die Proben temperatur sollte deshalb so tief wie möglich sein. Betroffene kristallografische Bereiche sollten zudem bei der Bestimmung des Lösungsgehaltes ausgeschlossen werden. Ein Einfluss der Verdampfungsrate kann ebenfalls nicht ausgeschlossen werden. Trotz der komplexen Untersuchungsmethodik wurden auch mit diesem Verfahren gute Übereinstimmungen zur Modellvorhersage erzielt. Die Streuung der Messergebnisse geht insbesondere auf die geringe Anzahl an Einzelmessungen zurück.

Mittels elektrischer Widerstandsmessungen wurden die Modellvorhersagen auch in Abhängigkeit der Temperatur untersucht. Erneut widerspiegeln die experimentellen Daten die vorausgesagten Werte sehr gut (Tabelle 4.6, Abbildung 4.45). Widerstandsmessungen sind eine etablierte Methode, mit der sich hohe Auflösungen erzielen lassen (Kapitel 3.3.5). Die Untersuchungen wurden zudem bei tiefen Temperaturen ($T \approx 4$ K) durchgeführt, sodass Gitterschwingungen auf ein Minimum begrenzt sind. Unsicherheiten ergeben sich daher weniger aus dem Messverfahren an sich, sondern aus der anschließenden Umrechnung der

Restwiderstandswerte in den gelösten Si-Anteil. Es ist bekannt, dass nicht nur die Fremdatomkonzentration, sondern auch andere Gitterbaufehler, einen Einfluss auf die Widerstandserhöhung haben können. Allerdings zeigen gelöste Fremdatome in der Regel die größten Auswirkungen. In den untersuchten Zuständen kann zudem von einer geringen Versetzungsdichte und einer kleinen Anzahl an Korngrenzen ausgegangen werden, da bei der Lösungsglühung Rekristallisation und Kornwachstum erfolgen. Aufgrund der hohen Reinheit der Legierungen sind auch Einflüsse durch Verunreinigungen oder Fremdphasen (Primärphasen, Dispersoide) vernachlässigbar. Es ist somit davon auszugehen, dass der Restwiderstand im Wesentlichen durch den Lösungsgehalt an Si bestimmt wird. In die Berechnung der Fremdatomkonzentration nach Gleichung 3.10 gehen dennoch Annahmen ein. Sowohl der Restwiderstand von Reinaluminium $\rho_{4K_{Al}}$ als auch die prozentuale Widerstandserhöhung von gelöstem Si $\Delta\rho_{4K_{Si}}$ sind der Literatur entnommen. Nichtsdestotrotz validieren die experimentell bestimmten Werte die Modellvorhersagen für alle untersuchten Werkstoffzustände.

Korngrößenentwicklung

Die in Kapitel 5.1.1 angeführten Schwierigkeiten bei der Korngrößenbestimmung treffen auch für die Al-Si-Legierungen zu. In Analogie zu den Ergebnissen an Reinaluminium und den Al-Mg-Legierungen ist auch hier von vollständiger Rekristallisation während der Lösungsglühung auszugehen. Eine Vorzugsorientierung der Körner konnte für die Zustände LG-H₂O und LG-KO in keiner Schliffebene festgestellt werden. Die Lösungsglühung an Al-Si-Legierungen erfolgte stets bei $T_{LG} = 540\text{ °C}$ und somit um 200 K höher als bei Al-Mg-Legierungen. Die resultierenden mittleren Korndurchmesser d_K sind daher stets größer. Die Werte übertreffen trotz der vorliegenden Fremdatomkonzentration auch die Korngrößen des Werkstoffes Al4N etwas. Eventuell lag trotz gleicher Prozessparameter während der Fertigung eine leicht abweichende Walzstruktur in den Werkstoffen vor, aus welcher diese Unterschiede resultieren. Abweichungen könnten auch durch die Wahl der Bildausschnitte von metallografischen Schliffen resultieren, da aufgrund der hohen Korngrößen auch bei Anwendung kleiner Vergrößerungen nur wenige Körner analysiert werden können. Die Größenordnung (mehrere 100 μm) der mittleren Korndurchmesser stimmt jedoch mit Al4N überein. Die Art der Abkühlung spielt anscheinend nur eine geringe Rolle. Für wasserabgeschreckte und im Ofen gekühlte Proben liegen Korndurchmesser ähnlicher Größe vor.

5.1.3 Al-Mg-Si-Legierung

Ausscheidungsverhalten

Es ist bekannt, dass ein Si-Überschuss in Legierungen des Al-Mg-Si-Systems die Löslichkeit von Mg₂Si nur wenig beeinträchtigt [7]. Auch Milkereit [160] zeigte, dass der Ausscheidungsbeginn bei langsamer Abkühlung für viele Legierungen anhand des quasibinären Zustandsdiagramms abgeschätzt werden kann, wenngleich ein Si-Überschuss vorliegt. Legt man auch für die Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} das quasibinäre Phasengleichgewichtsdiagramm Al-Mg₂Si zu

Grunde (Abbildung A.3), erfolgt die Lösungsglühung ($T_{LG} = 540\text{ °C}$) nur wenige Kelvin oberhalb der Solvuslinie von Mg_2Si . Bei gleichgewichtsnaher Abkühlung ist daher mit einem sofortigen Reaktionsbeginn bei Verringerung der Temperatur zu rechnen. Dieses Verhalten konnte durch die DSC-Ergebnisse festgestellt werden (Abbildung 4.58). Während der Abkühlung wurden kühlratenabhängig mindestens drei Reaktionsbereiche detektiert. Drei unterscheidbare Hauptreaktionen treten auch in technischen Legierungen mit Si-Überschuss (z. B. EN AW-6005A, EN AW-6082) auf, wie Untersuchungen von Milkereit zeigen [160]. Das grundsätzliche Ausscheidungsverhalten der untersuchten Modelllegierung korreliert demnach mit dem Verhalten technischer Al-Mg-Si-Legierungen.

Ein deutlicher Unterschied besteht jedoch in der Ausscheidungskinetik. Technische Legierungen mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung der Hauptlegierungselemente scheinen grundsätzlich abschreckempfindlicher zu sein als die untersuchte Modelllegierung. Während für $AlMg_{0,6}Si_{0,8}$ eine kritische Abschreckgeschwindigkeit von $\dot{T}_{krit} = 1 - 2\text{ K/s}$ bestimmt worden ist, müssen kommerzielle Legierungen mit vergleichbarem Gehalt an Mg und Si schneller abgekühlt werden ($\dot{T}_{krit} = 6 - 20\text{ K/s}$ [160]), um eine vollständige Unterdrückung von Umwandlungsreaktionen während der Abkühlung zu erzielen. Höhere Abkühlraten sind insbesondere erforderlich, um die ausgeprägten Reaktionen bei tiefen Temperaturen zu vermeiden. In technischen Legierungen nimmt die Intensität dieses Reaktionsbereichs enorm zu, sobald die HT-Reaktionen unterdrückt werden. Bei zunehmender Unterkühlung steigt die Übersättigung des α -MK und somit die treibende Kraft für Phasenumwandlungen bei tiefen Temperaturen. Bei der untersuchten Modelllegierung tritt der Reaktionsbereich bei tiefen Temperaturen (Peak a_3) zwar auch erst mit zunehmender Kühlrate ($\dot{T}_K = 5 \cdot 10^{-2} - 0,5\text{ K/s}$) auf, eine vergleichbar große Intensitätssteigerung wie bei kommerziellen Legierungen ist jedoch nicht zu beobachten. Die Ursache für die unterschiedliche Ausscheidungskinetik ist vor allem in den verschiedenen Keimbedingungen der Werkstoffe zu sehen. Technische Legierungen weisen eine Vielzahl an Primärausscheidungen und Dispersoidphasen auf, welche heterogene Keimbildung von Sekundärausscheidungen ermöglichen. Insbesondere Grenzflächen von Fe-, Cr- und Mn-haltigen Dispersoiden können die Keimbildung der Vorstufenphasen fördern [7]. Ein erheblicher Einfluss des Gehaltes an dispersoidbildenden Elementen auf die Abschreckempfindlichkeit ist daher naheliegend. Aufgrund der hohen Reinheit der Modelllegierung treten entsprechende Phasen nicht oder in sehr begrenzter Anzahl auf. Dies konnte mit den vorgenommenen Mikrostrukturuntersuchungen gezeigt werden. In den dadurch erschwerten Keimbedingungen ist die Ursache dafür zu sehen, dass die bei tiefen Temperaturen ablaufenden Reaktionen äußerst geringe Intensität aufweisen und die Abschreckempfindlichkeit im Allgemeinen trotz ähnlicher Gehalte an Hauptlegierungselementen geringer ausfällt.

Auf die Bildung unterschiedlicher Teilchen in verschiedenen Temperaturbereichen deuten die temperaturabhängigen Verläufe der Enthalpieänderung während der Abkühlung hin (Abbildung 4.58 b). Nach [214] resultieren diskontinuierliche Verläufe aus den verschiedenen Bildungsenthalpien der ausgeschiedenen Phasen. Die Reaktionen bei hohen Temperaturen

(Peak a_1) sind sehr wahrscheinlich auf Ausscheidungen der Gleichgewichtsphase β (Mg_2Si) und aufgrund des Si-Überschusses auf eine überlagerte Ausscheidung von Si-Partikeln zurückzuführen. Das Auftreten dieser Phasen konnte durch die TEM-Untersuchungen und EDX-Analysen nachgewiesen werden (Abbildung 4.60, Abbildung 4.61). Aus Mikrostrukturuntersuchungen an verschiedenen Al-Mg-Si-Legierungen ist bekannt [160], dass Mg_2Si -Teilchen in vergleichbaren Werkstoffzuständen ähnliche Morphologie und Abmessungen aufweisen, wie sie in der Legierung $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ vorgefunden worden sind (Abbildung 4.59). Bei den stäbchenförmig erscheinenden Ausscheidungen mit mehreren $10\text{ }\mu\text{m}$ Länge, welche nach Kühlung mit $\dot{T}_K = 10^{-2}\text{ K/s}$ auftreten, handelt es sich vermutlich um dünne Si-Platten. Diese Teilchen wurden auch in der binären Al-Si-Legierung in diesem Kühlgeschwindigkeitsbereich vorgefunden (Abbildung 4.28). Zwar werden auch die Vorstufenphasen β'' und β' als nadel- bzw. stäbchenförmig beschrieben, ihre maximalen Abmessungen betragen in der Regel jedoch Werte $< 1\text{ }\mu\text{m}$ [206].

Nach Abkühlung mit $\dot{T}_K = 0,1\text{ K/s}$ liegen scheinbar dennoch Vorstufenphasen vor. Einen Anhaltspunkt zur Bestimmung der Phasen bietet dabei das Mg:Si-Verhältnis der Teilchen, welches mit den aus der Literatur bekannten Zusammensetzungen möglicher Ausscheidungsphasen abgeglichen werden kann (siehe z. B. [62,64,206]). EDX-Analysen an Partikeln $< 1\text{ }\mu\text{m}$ weisen teilweise auf Verhältnisse hin, die der Phase β' nahe kommen (Abbildung 4.61 b, c), welche mit $\text{Mg}_{1,8}\text{Si}$ beschrieben wird. Auch die stäbchenförmige Morphologie vieler Teilchen sowie ihre Abmessungen deuten auf das Vorliegen von β' hin. Ähnliche Beschreibungen zu Form und Größen sind in der Literatur zu finden (z. B. [206]). Es sei jedoch angemerkt, dass die tatsächlichen Abmessungen stets von der Legierungszusammensetzung und dem Wärmebehandlungszustand abhängig sind. Mittels EDX war auch die ternäre, Al-haltige Phase U1 (MgAl_2Si_2) nachzuweisen (Abbildung 4.60 b). Aufgrund der geringeren thermischen Stabilität der Vorstufenphasen β' und U1 ist es wahrscheinlich, dass sie bei tieferen Temperaturen (Peaks a_2 bzw. a_3) gebildet werden.

Durch Kristallstrukturuntersuchungen mit SAED wurde das Auftreten der Phasen β , β' und U1 bestätigt (Abbildung 4.62, Tabelle 4.7). Nicht alle Partikel wiesen dabei eine definierte Orientierungsbeziehung zur Al-Matrix auf. Für die Gleichgewichtsphase β - Mg_2Si wurden zudem unterschiedliche kristallografische Orientierungen nachgewiesen. Die festgestellten Parallelitäten von Gitterebenen der Gleichgewichtsphase und des α -MK weichen zum Teil von Angaben ab, die häufig in der Literatur zu finden sind (z. B. [207]). Die Analyse von Ausscheidungsteilchen in Al-Mg-Si-Legierungen erfolgt in der Regel jedoch an ausgelagerten Zuständen. Teilchen der β -Phase werden somit meist bei deutlich tieferen Temperaturen ausgeschieden und gehen mit fortschreitender Überalterung durch strukturelle Umwandlung aus der Vorstufenphase β' hervor [7]. Die in dieser Arbeit analysierten Partikel werden hingegen direkt bei unterkritischer Abkühlung vom Lösungsglühen und somit bei deutlich höheren Temperaturen (Bildung von β im HT-Reaktionsbereich a_1) ausgeschieden. Es ist somit

denkbar, dass die Temperatur einen entscheidenden Einfluss auf die Morphologie der Partikel und auf ihre Orientierungsbeziehungen zur Matrix besitzt.

Milkereit [160] hat für technische Al-Mg-Si-Legierungen gezeigt, dass die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β beim Abkühlen überwiegend heterogen an Primärausscheidungen erfolgt. Dieser Mechanismus ist für die untersuchte Modelllegierung aufgrund ihrer Reinheit unwahrscheinlich. Eine Überlagerung von Primärausscheidungen und Mg_2Si -Partikeln konnte weder mittels Lichtmikroskopie noch mit elektronenmikroskopischen Verfahren beobachtet werden. Auch EDX-Analysen lieferten keine Hinweise auf heterogene Keimbildung. Es muss daher davon ausgegangen werden, dass die Ausscheidung von β in $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ homogen erfolgt. Die TEM-Untersuchungen zeigten jedoch auch, dass (vermutlich metastabile) Mg/Si-Phasen heterogen an bereits ausgeschiedenen Teilchen (z. B. Si-Partikeln) oder an Versetzungen keimen (Abbildung 4.61). Die Möglichkeit heterogener Keimbildung von β' an Versetzungen ist bekannt [7]. Auch von Keimbildung an Dispersoidphasen bei kontinuierlicher Abkühlung wurde berichtet [160]. Die Bildung metastabiler Vorstufenphasen scheint somit an das Vorliegen von Keimstellen gebunden zu sein. Wie zuvor beschrieben, erklärt die vergleichsweise geringe Anzahl derartiger Keimstellen auch die schwache Intensität der Reaktionen bei tiefen Temperaturen (Peak a_3) in der Modelllegierung (Abbildung 4.58 a). In technischen Legierungen können Ausscheidungsreaktionen in diesem Temperaturbereich deutlich größere Intensität aufweisen.

Aus den Erkenntnissen zum Ausscheidungsverhalten kann das kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ konstruiert werden (Abbildung 5.2). Die Trennung überlappender Reaktionsbereiche wurde (sofern möglich) nach dem in [160,215] vorgeschlagenen Verfahren (Bestimmung lokaler Minima) vorgenommen. Aufgrund der starken Überlagerung verschiedener Reaktionsbereiche (vgl. Abbildung 4.58 a) können einige Start- bzw. Endtemperaturen dennoch nur abgeschätzt werden, was durch gestrichelte Linien zum Ausdruck kommt. Während die Starttemperaturen der HT-Reaktionen (a_1) eindeutig bestimmt werden können, ist der Übergang zum Reaktionsbereich a_2 im gesamten Kühlratenbereich nicht eindeutig definierbar. Die Endtemperatur der Reaktionen a_2 ist zudem nur für langsame Kühlraten eindeutig aus den DSC-Kühlkurven abzulesen. Bei schneller Kühlung erfolgt eine Überlagerung mit dem dritten Hauptreaktionsbereich a_3 . Die kritische Abkühlgeschwindigkeit liegt im Bereich $\dot{T}_{\text{krit}} = 1 - 2 \text{ K/s}$. Bei Überschreitung dieser Kühlraten treten keine Ausscheidungsreaktion mehr auf, sodass die Enthalpieänderung nach Abkühlung auf RT $|\Delta h_K| = 0 \text{ J/g}$ beträgt. Bei Verringerung der Kühlrate steigt die Enthalpieänderung kontinuierlich an. Bei langsamer Kühlung weisen die Reaktionen zudem sehr viel größere Intensität auf, als bei der binären Legierung $\text{AlSi}_{0,7}$ (vgl. Abbildung 5.2). Eine genaue Zuordnung ausgeschiedener Phasen (β , β' , U1) zu den Reaktionsbereichen ist nicht möglich. Mit großer Wahrscheinlichkeit wird die Gleichgewichtsphase β im Reaktionsbereich a_1 ausgeschieden. Auch reine Si-Partikel bilden sich vermutlich bei hohen Temperaturen. Es ist davon auszugehen, dass die Ausscheidung der Vorstufenphasen β' und U1 in den

Reaktionsbereichen a_2 bzw. a_3 erfolgt. Für eine definitive Zuordnung bedarf es jedoch weiterer Untersuchungen. Die Reaktionsbereiche im Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm wurden daher mit den eingeführten Bezeichnungen $a_1 - a_3$ gekennzeichnet.

Der Einfluss der Abkühlbedingungen auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung wird anhand der Vickershärte deutlich, die für einige Kühlraten in das Diagramm eingetragen ist. Die Härteprüfungen nach Vickers (HV 1) erfolgten an DSC-Proben, welche im Anschluss an die Abkühlung auf RT direkt warmausgelagert (180 °C, 4 h) worden sind. Die Härteprüfungen wurden mit einem Kleinlasthärteprüfer *Shimadzu HMV-2E* nach DIN EN ISO 6507 [216] durchgeführt. In Abbildung 5.2 sind Mittelwerte angegeben, welche aus jeweils sechs Einzeleindrücken resultieren. Wie bei technischen Al-Mg-Si-Legierungen [160] nimmt die Härte für $\dot{T}_K < \dot{T}_{krit}$ mit sinkender Kühlgeschwindigkeit ab. Während bei einer Abkühlung mit $\dot{T}_K = 1$ K/s nach anschließender Warmauslagerung eine Härte von 115 HV 1 erreicht wird, kann nach sehr langsamer Abkühlung ($\dot{T}_K = 10^{-3}$ K/s) durch die Auslagerung nur noch ein Wert von 26 HV 1 erzielt werden. Hieran wird der große Einfluss der Kühlrate auf die erzielbaren mechanischen Eigenschaften deutlich. Geringe Kühlraten führen bereits während des Abkühlvorganges zur Bildung grober Partikel, die keinen oder nur einen geringen verfestigenden Einfluss besitzen. Schnelle Kühlraten unterdrücken die Ausscheidungsbildung beim Abkühlen (siehe Enthalpiewerte $|\Delta h_K|$), sodass ein größerer Anteil an Legierungselementatomen in Lösung verbleibt und für die Bildung festigkeitssteigernder Partikel bei einer nachfolgenden Warmauslagerung zur Verfügung steht.

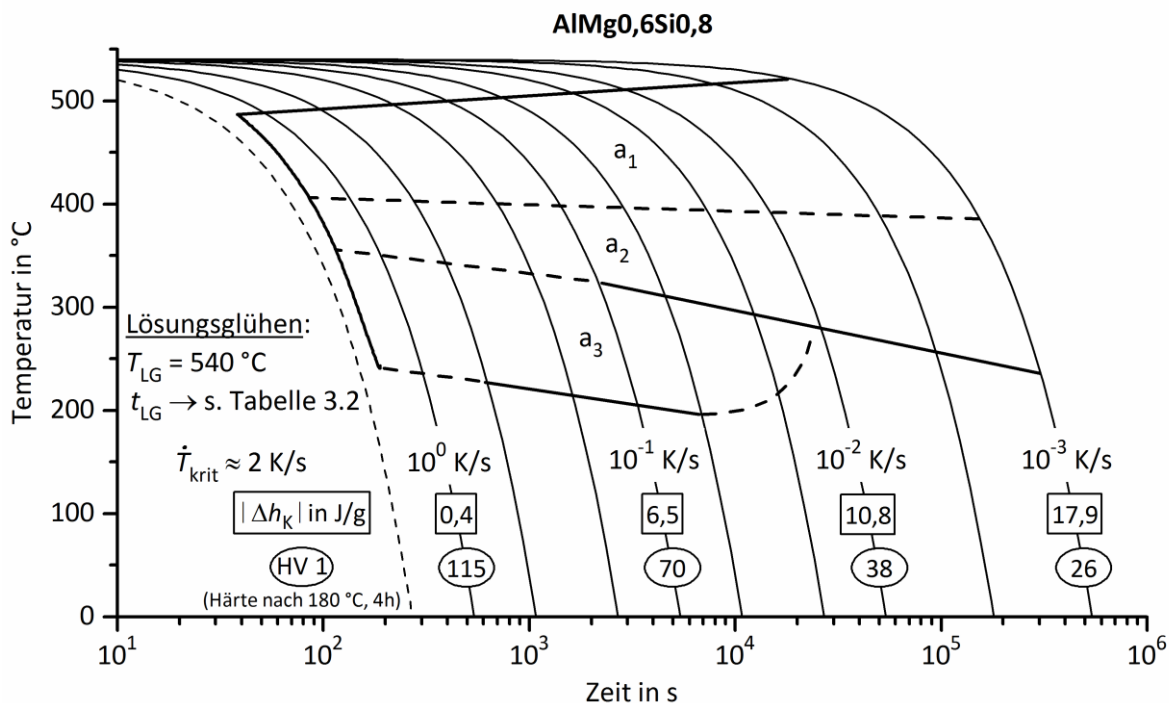


Abbildung 5.2: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung AlMg0,6Si0,8.

Korngrößenentwicklung

Im Gegensatz zu Al4N und den untersuchten binären Legierungen lag AlMg_{0,6}Si_{0,8} im AZ als stranggepresstes Vollprofil vor. Eine Vorzugsorientierung der Körner in Hauptumformrichtung wurde nicht festgestellt. Die mittleren Korngrößen wiesen etwas geringere Werte als bei gewalzten Werkstoffen auf. Eine Lösungsglühung mit den gewählten Parametern führt zu Rekristallisation und Kornwachstum. Die resultierenden mittleren Korngrößen sind jenen von reinem Aluminium und von Al-Si-Legierungen sehr ähnlich. Ein wesentlicher Beitrag zur Festigkeit (Korngrenzenverfestigung) ist demnach nicht zu erwarten.

5.2 Festigkeits- und Fließverhalten der Modelllegierungen

5.2.1 Einfluss der Mikrostruktur auf das Fließverhalten

Ein wesentliches Ziel der Arbeit bestand darin, eine geeignete Untersuchungsmethodik anzuwenden, um Mikrostruktureinflüsse auf das Festigkeits- und Fließverhalten bei verschiedenen Umformbedingungen beurteilen zu können. Durch die Anwendung der TMA in Kombination mit Ergebnissen aus DSC-Experimenten und Mikrostrukturuntersuchungen ist es gelungen, definierte Ungleichgewichtszustände mechanisch zu prüfen. Im Fokus der Untersuchungen standen die Auswirkung verschiedener Legierungselementtypen und -konzentrationen auf die MK-Verfestigung und ihr Einfluss auf die Verformungsverfestigung.

Mikrostrukturzustände ohne Teilchen (reine Mischkristalle)

Um konkrete Aussagen zum Einfluss der MK-Zusammensetzung treffen zu können, muss der Einfluss anderer Verfestigungsmechanismen bekannt sein. Wie in Kapitel 2.2.2 dargelegt wurde, ist die Fließspannungserhöhung durch Versetzungen von der Versetzungsdichte ρ abhängig. Die Versetzungsdichte ist dabei insbesondere vom Verformungsgrad und vom Wärmebehandlungszustand abhängig. Da alle Werkstoffe ähnliche Prozessschritte durchlaufen haben und vor Durchführung der Stauchversuche nochmals lösungsgeglüht wurden, ist stets von einer vergleichbaren anfänglichen Versetzungsdichte auszugehen. Da die Lösungsglühung jeweils zur vollständigen Rekristallisation geführt hat, wie die Korngrößenuntersuchungen gezeigt haben, sollte die Versetzungsdichte in allen Fällen sehr gering sein. Der Festigkeitsanstieg durch eine Korngrößenverfestigung ist sowohl von der Korngröße d_K als auch von der Hall-Petch-Konstante k_{HP} abhängig (Gleichung 2.16). Mit den durchgeführten Korngrößenuntersuchungen konnte gezeigt werden, dass die mittlere Korngröße nach Durchführung einer Lösungsglühung in nahezu allen Fällen Werte $> 100 \mu\text{m}$ annimmt. Eine wesentliche Verfestigungswirkung durch die Korngrenzen ist daher trotz Abweichungen in den Absolutwerten von d_K zwischen einzelnen Werkstoffen nicht zu erwarten. Dies ist insbesondere durch die vergleichsweise geringen Hall-Petch-Konstanten in Aluminium begründet. Legt man den Wert von $k_{HP} = 0,78 \text{ MPa mm}^{1/2}$ [94] zu Grunde, führt ein Korngrößenunterschied zwischen $d_K \approx 100 \mu\text{m}$ (z. B. AlMg_{0,4}) bzw. $d_K \approx 500 \mu\text{m}$ (z. B. AlSi_{0,7}) zu

einem Fließspannungsunterschied von lediglich $\Delta\sigma_{FK} = 1,4$ MPa. Nutzt man für diese Abschätzung den Wert $k_{HP} = 2$ MPa mm^{1/2} aus [6], so ergibt sich eine auf die Korngrenzenverfestigung zurückgehende Fließspannungsdifferenz von $\Delta\sigma_{FK} = 3,5$ MPa. Da die meisten untersuchten Zustände geringere Korngrößenunterschiede Δd_K aufweisen, wird deutlich, dass der Fließspannungsbeitrag durch die Korngrenzen vernachlässigbar gering ausfällt. Zwar ist bekannt, dass die Korngrößeneffekte in Al-Mg-Legierungen ausgeprägter sind und mit steigendem Mg-Gehalt zunehmen (vgl. Kapitel 2.2.2), die Korngrößen weisen dennoch Werte auf, für die nur geringe Einflüsse zu erwarten ist (> 50 µm [108]). Eine gesonderte Betrachtung muss dabei für die Legierung AlMg5 durchgeführt werden. Die mittlere Korngröße wies dort je nach Orientierung Werte von $d_K \approx 50 - 60$ µm auf (Tabelle 4.2). Demnach könnte hier durch die Korngrenzen eine Fließspannungserhöhung von etwa $\Delta\sigma_{FK} = 3,5$ MPa vorliegen, sofern die Hall-Petch-Konstante von $k_{HP} = 0,78$ MPa mm^{1/2} Gültigkeit besitzt. Aus [111] lässt sich für eine derart hochlegierte Al-Mg-Legierung jedoch eine Konstante von $k_{HP} \approx 4$ MPa mm^{1/2} ableiten, sodass die Fließspannungserhöhung auch $\Delta\sigma_{FK} \approx 18$ MPa betragen könnte.

Ein Einfluss von Teilchen auf die Verfestigung kann für alle Zustände, die nach Lösungsglühung überkritisch abgekühlt worden sind, ebenfalls ausgeschlossen werden. Aufgrund der Begrenzung von Begleitelementen auf Massenanteile von wenigen ppm (Tabelle 3.1), liegen keine nennenswerten Anteile von Primärausscheidungen und Dispersoidphasen vor, welche zu einer Fließspannungserhöhung beitragen könnten. Diese Annahme wird durch die vorgenommenen Mikrostrukturuntersuchungen gestützt. Teilchen konnten in überkritisch gekühlten Zuständen weder licht- noch elektronenmikroskopisch nachgewiesen werden. Somit ist davon auszugehen, dass während der Lösungsglühung im Einphasengebiet des α -MK alle Legierungselementatome (Mg, Si) in Lösung gehen. Die legierungsspezifischen Abkühlgeschwindigkeiten für eine überkritische Kühlung wurden aus den durchgeführten DSC-Experimenten ermittelt. Die bei der TMA angewendeten Kühlraten sind demnach ausreichend hoch, um eine vorzeitige Ausscheidungsbildung während der Abkühlung zu unterdrücken. Daraus folgend wurden reine MK-Zustände untersucht, sodass ein Verfestigungsbeitrag $\Delta\sigma_{FT}$ durch Partikel nach Gleichung 2.18 bzw. 2.19 nicht vorliegt ($\Phi \approx 0$).

Durch die Variation der Legierungsgehalte sind Unterschiede in aufgenommenen Spannungs-Dehnungs-Kurven im Wesentlichen auf die Zusammensetzung des α -MK zurückzuführen. Somit kann direkt auf den Einfluss der gelösten Elemente und der vorliegenden Lösungskonzentration geschlossen werden. Abbildung 5.3 stellt Spannungs-Dehnungs-Kurven der verschiedenen Werkstoffe vergleichend dar. Berücksichtigt sind zunächst Fließkurven, die bei einer Temperatur von $T_V = 30$ °C und einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 10^{-1}$ s⁻¹ aufgenommen worden sind. Die Fließkurven von Al4N sind in den Vergleich ebenfalls mit einbezogen.

Es wird deutlich, dass die Fließgrenze mit zunehmendem Mg-Gehalt ansteigt (Abbildung 5.3 a). Diese direkte Fließspannungserhöhung ist auf die MK-Verfestigung nach Gleichung 2.17 zurückzuführen. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven fächern aufgrund der begünstigten Verformungsverfestigung mit zunehmendem Dehnungsbetrag deutlich auf. Die

Legierungselementkonzentration im α -MK beeinflusst demnach nicht nur die MK-Verfestigung, sondern auch die Verformungsverfestigung – eine Feststellung, die hinlänglich bekannt ist (z. B. [217,218]). Die Beiträge beider Verfestigungsmechanismen verhalten sich somit nicht additiv, was sich in einer dehnungsunabhängigen vertikalen Verschiebung der Fließkurven ausdrücken würde. Bekannt ist, dass das Verfestigungsverhalten an die Rate gebunden ist, mit welcher neue Versetzungen im Kristall generiert werden (siehe Kapitel 2.2.1). Es ist außerdem von Bedeutung, mit welcher Rate vorhandene Versetzungen annihilieren und in welcher Weise sie sich im Kristall umordnen (dynamische Erholung).

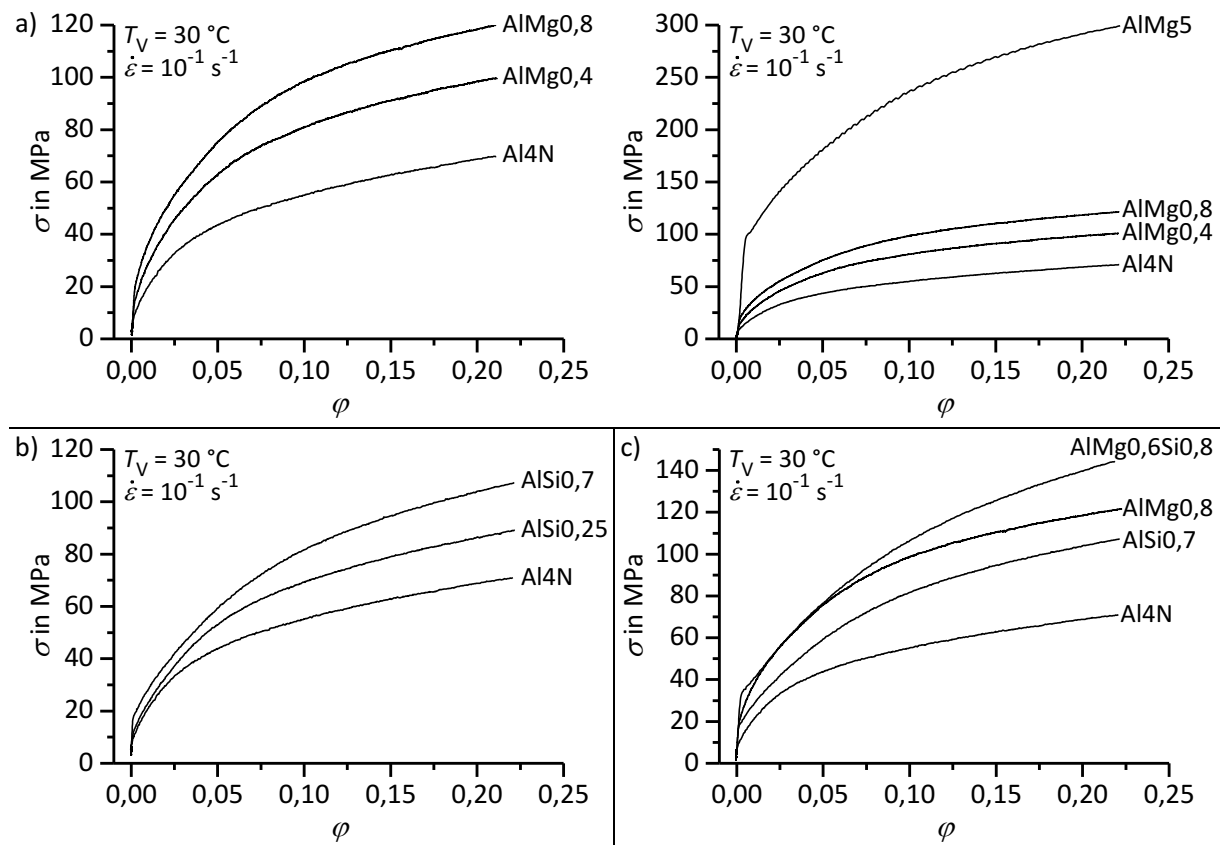


Abbildung 5.3: Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei $T_V = 30 \text{ °C}$ für verschiedene Werkstoffe nach überkritischer Abkühlung nach Lösungsglühung (reine Mischkristalle).

Anhand der Fließkurven wird deutlich, dass die Verfestigung zu Beginn der Verformung mit höherem Mg-Gehalt in Lösung anwächst. Dies geht besonders deutlich aus den Kocks-Mecking-Plots in Kapitel 4 hervor, anhand derer die tatsächliche, anfängliche Verfestigungsrate θ abgelesen werden kann. Dort zeigte sich ein erheblicher Anstieg von θ mit steigendem Mg-Anteil. Für Al4N liegt die Verfestigungsrate zu Beginn der plastischen Verformung bei etwa $\theta = 1500 \text{ MPa}$, was in guter Übereinstimmung mit Werten aus der Literatur ist [139]. Für die Legierung AlMg5 wurden Werte im Bereich von $\theta = 3000 \text{ MPa}$ festgestellt. Außerdem kommt es zunächst zu einem nichtlinearen Abfall der Verfestigungsrate mit steigender Spannung. Die wirkenden Mechanismen sind bislang nicht eindeutig geklärt. Poole et al. [139] fassen die Kenntnisse aus der Literatur zusammen und führen das Verhalten auf einen zunehmend komplexen Übergang vom elastischen zum elastisch-plastischen Verhalten

zurück. Sie vermuten, dass dies durch (1) große, nicht-verformbare Phasen bzw. Partikel, (2) eine Verlängerung von Versetzungslinien durch fein verteilte Dispersoide sowie (3) aufgrund gelöster Fremdatome bewirkt wird, welche Versetzungen wiederverankern und die Akkumulation von Versetzungen im Kristall beeinflussen können. Da die ersten beiden Einflüsse für die aufgenommen Fließkurven in dieser Arbeit ausgeschlossen werden können, kann den gelösten Fremdatomen eine eindeutige Wirkung auf den Mechanismus der Verformungsverfestigung zugeschrieben werden. Hierfür sprechen auch die Kocks-Mecking-Plots bei erhöhter Temperatur und langsamerer Dehnrates. Insbesondere die anfängliche Verfestigungsrate kann sich durch Anhebung der Temperatur erhöhen. Die begünstigte Diffusionsfähigkeit bzw. Beweglichkeit von Mg-Atomen, die auch bei einer dynamischen Reckalterung zum Tragen kommt, scheint somit einen entscheidenden Einfluss zu haben.

Im Bereich III der Verfestigung (vgl. Abbildung 2.2 b) spielen dann vermutlich stationäre Fremdatome eine größere Rolle. Die Rate der dynamischen Erholung kann in diesem Bereich anhand der Steigung der Kocks-Mecking-Plots interpretiert werden. Sie ergibt sich durch Ableitung $d\theta/d\sigma$ im Bereich des linearen Abfalls der Verfestigungskurve. Während sich für die betrachteten Umformbedingungen ($T_V = 30^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) bei Al4N eine Steigung von $d\theta/d\sigma \approx -47$ ergibt, nimmt sie mit steigendem Mg-Gehalt kontinuierlich ab ($d\theta/d\sigma \approx -22$ für AlMg0,4; $d\theta/d\sigma \approx -17$ für AlMg0,8). Für die Legierung AlMg5 beträgt die Steigung des linearen Bereichs nur noch $d\theta/d\sigma \approx -10$. Somit wird deutlich, dass die dynamische Entfestigung durch Mg in Lösung drastisch reduziert wird. Es ist bekannt, dass die Bildung von räumlichen Versetzungsstrukturen und die damit einhergehende Entfestigung maßgeblich vom Quergleitverhalten abhängt. In reinem Aluminium ist das Quergleiten von Versetzungen aufgrund der hohen Stapelfehlerenergie stark ausgeprägt, was durch den flachen Verlauf der Fließkurve zum Ausdruck kommt. In Al-Mg-Legierungen scheint hingegen ein planares Gleitverhalten vorzuliegen, sodass Versetzungen zunehmend auf ihren Gleitebenen beschränkt bleiben [7]. Eine Umordnung von Versetzungen in energetisch günstige Zellstrukturen und eine damit verbundene Entfestigung wird unterdrückt. Die ausgeprägtere Verformungsverfestigung mit steigendem Mg-Gehalt ist demnach an das zunehmende planare Gleitverhalten und die Verhinderung der Versetzungszellbildung geknüpft. Die tatsächlich wirkenden Mechanismen auf die reduzierte dynamische Erholung sind noch immer umstritten. Einige Autoren führen das planare Gleitverhalten in Al-Mg-Legierungen auf die reduzierte Stapelfehlerenergie zurück [110,219]. Eine deutliche Auswirkung ist jedoch erst bei hohen Legierungsgehalten wahrscheinlich. Neuere Untersuchungen von Kuhlmann-Wilsdorf et al. [26,220] deuten darauf hin, dass ein Mangel an ungebundenen bzw. freien Leerstellen zu planarem Gleitverhalten führt. Durch die Bildung von Mg/Leerstellen-Komplexen [29] wird die Leerstellenkondensation zu Versetzungsringen verhindert, welche komplanare Burgersvektoren bereitstellen würden. Durch die Bindung der Leerstellen an Mg-Atome wird die Erzeugung notwendiger Burgersvektoren, welche für die räumliche

Beweglichkeit der Versetzungen erforderlich sind, unterdrückt und vorhandene Burgersvektoren bleiben auf die aktive Gleitebene beschränkt.

Wird die Legierung AlMg5 in den Vergleich einbezogen, wird zunächst die deutlich höhere Fließgrenze ersichtlich (Abbildung 5.3 a, rechts). Wie angesprochen, geht diese auf die größere Fremdatomkonzentration des α -MK zurück. Auch die Korngröße könnte bei diesem Werkstoff einen relevanten, direkten Fließspannungsbeitrag haben (s. o.). Es zeigt sich eine abermals erhöhte Verfestigungsrate, die mit großer Wahrscheinlichkeit auf das beschriebene planare Gleitverhalten zurückgeht. Neben der Bindung von Leerstellen könnte aufgrund des hohen Mg-Gehaltes bei diesem Werkstoff auch die Herabsetzung der Stapelfehlerenergie eine Rolle spielen. Für die dargestellten Prüfbedingungen wird eine leicht ausgeprägte Streckgrenzenerscheinung ebenso wie dynamische Reckalterungserscheinungen deutlich. Beide Effekte sind auf die Mobilität von Mg-Atomen während der Verformung zurückzuführen, wie in Kapitel 2.2.3 erläutert wurde. In der untersuchten Modelllegierung sind die Effekte jedoch schwächer ausgeprägt als in technischen Legierungen mit ähnlichem Mg-Gehalt (vgl. [108,124]). Es ist zu vermuten, dass das im Vergleich zu technischen Legierungen recht grobkörnige Gefüge der untersuchten Legierung maßgeblichen Einfluss hat. Rossig et al. [221] zeigten, dass sowohl die Lüdersdehnung als auch die durch den PLC-Effekt hervorgerufenen Spannungsausschläge mit steigender Korngröße deutlich abnehmen. Verringerte Spannungsausschläge bei großen Korngrößen wurden auch von Wen et al. nachgewiesen [121].

Der Vergleich zwischen Reinaluminium und den Al-Si-Legierungen in Abbildung 5.3 b verdeutlicht, dass auch gelöstes Si einen direkten Festigkeitsbeitrag liefert. Die Fließgrenze steigt mit zunehmender Fremdatomkonzentration an. Ebenso lässt sich eine Steigerung der Verformungsverfestigung durch einen erhöhten Si-Anteil feststellen. Die anfänglichen Verfestigungsraten θ steigen dabei jedoch weniger stark als durch Zulegieren von Mg. So weist die Legierung AlMg0,4 trotz eines geringeren Legierungsgehaltes bereits größere Maximalwerte von θ auf als AlSi0,7, wie die Kocks-Mecking-Plots zeigen. Aus dem Verlauf von θ (z. B. Abbildung 4.52) ist auch ersichtlich, dass nahezu unmittelbar mit Beginn der Verformung der Verfestigungsbereich III (vgl. Abbildung 2.2 b) vorliegt und die Verfestigungsrate somit linear mit der Fließspannung abfällt. Die Verfestigung bei Al-Mg-Legierungen führt hingegen zu einem eher parabolischen Fließkurvenverlauf. Betrachtet man lediglich den Bereich III der Verfestigung, ist festzustellen, dass die Steigung der Kocks-Mecking-Plots $d\theta/d\sigma$ vergleichbare Werte aufweist, wie bei Al-Mg-Legierungen ($d\theta/d\sigma \approx -23$ für AlSi0,25; $d\theta/d\sigma \approx -16$ für AlSi0,7). Auch gelöste Si-Atome reduzieren somit die dynamische Entfestigung. Die Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurven im Anfangsbereich der plastischen Verformung unterscheidet sich zwischen beiden Al-Si-Legierungen kaum. Die Fließspannungserhöhung führt somit zu einem vertikalen Versatz der Fließkurven. Erst ab größeren Dehnungsbeträgen $\varphi \approx 0,05$ weichen die Kurven zunehmend voneinander ab. Dies deutet an, dass die Bildung neuer Versetzungen nicht maßgeblich vom gelösten Si-Gehalt abhängt. Die dynamische Erholung, die bei größeren Dehnungen und somit höherer Versetzungsdichte verstärkt

abläuft, wird hingegen vom Lösungsgehalt beeinflusst. Durch die zunehmende Verankerung von Versetzungen an gelösten Atomen werden bei größeren Si-Gehalten offenbar Umordnungs- und Annihilationsvorgänge behindert. Die Legierung AlSi_{0,25} weist daher eine ausgeprägtere dynamische Erholung auf.

Im letzten Vergleich (Abbildung 5.3 c) sind die binären Legierungen AlMg_{0,8} und AlSi_{0,7} der ternären Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} gegenübergestellt. Die Al-Mg-Si-Legierung weist dabei mit $\sigma_f = 35$ MPa die größte Fließgrenze auf, da in dieser Legierung die größte Fremdatomkonzentration in Lösung vorliegt. Sehr deutlich geht auch das unterschiedliche Verfestigungsverhalten der Werkstoffe aus dem Vergleich hervor. Die Al-Mg-Legierung weist die höchste anfängliche Verfestigungsrate auf. Die Fließspannung steigt dadurch im Bereich kleiner Dehnungen auf Werte, die der Fließspannung von AlMg_{0,6}Si_{0,8} entsprechen. Erst ab einem Dehnungsbetrag von etwa $\varphi = 0,05$ ergibt sich dann erneut eine deutliche Abweichung. Die Gesamtverfestigung ist demnach in der ternären Legierung am größten. Ein additiver Zusammenhang der Fließspannung zur gelösten Fremdatomkonzentration (Mg + Si) kann im Bereich plastischer Verformung nicht festgestellt werden. Die genauen Ursachen des unterschiedlichen Verhaltens sind nur schwer nachzuweisen. Es ist davon auszugehen, dass sich die gelösten Legierungselementatome auch in der Al-Mg-Si-Legierung bereits während der Abkühlung vom Lösungsglühen mit Leerstellen zu binären Komplexen verbinden. Chang et al. [65] vermuten, dass bereits kurz nach Abschreckung keine freien Leerstellen mehr vorkommen. Moderate Abkühlgeschwindigkeiten wie in dieser Arbeit ($\dot{T}_K = 10$ K/s) könnten diese Bindung begünstigen, da während der Abkühlung noch ausreichend Zeit für Diffusionsprozesse von Leerstellen gegeben ist. Ein planares Gleitverhalten könnte auch in diesem System auftreten und wird insbesondere für den T4-Zustand (kaltausgelagert) tatsächlich beobachtet [7]. Die Tatsache, dass Al-Mg dennoch eine höhere anfängliche Verfestigung aufweist, könnte durch eine größere Anzahl von Mg/Leerstellen-Komplexen zu erklären sein, die das Quergleitverhalten zudem effektiver behindern als binäre Komplexe aus Si und Leerstellen. Die geringer ausgeprägte dynamische Erholung in AlMg_{0,6}Si_{0,8} wäre möglicherweise durch die effektivere Verankerung von Versetzungen an verbleibenden Fremdatomen zu erklären, deren Anzahl in dieser Legierung höher ist als in AlMg_{0,8}.

Es wurde bereits darauf hingewiesen, dass die Fließspannung in binären Systemen mit zunehmendem Legierungsgehalt ansteigt. Eine Quantifizierung der Fließspannungserhöhung gelingt, indem die ermittelten Spannungswerte über dem gelösten Legierungsgehalt aufgetragen werden. In Abbildung 5.4 a und b sind Fließspannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ der Al-Mg- und Al-Si-Legierungen in Abhängigkeit des Lösungsgehaltes aufgetragen. Die Umformbedingungen sind in der Legende angegeben und wurden so gewählt, dass ein Vergleich mit Daten aus der Literatur erfolgen kann. Es sei insbesondere auf die unterschiedliche Dehnrates hingewiesen. In Anlehnung an Gleichung 2.17 lässt sich der Zusammenhang von Fließspannung und Fremdatomkonzentration c durch folgende Formel beschreiben:

$$\sigma = \sigma_{Al} + Kc^n \quad (\text{Gleichung 5.1}).$$

Dabei ist σ_{Al} die Fließspannung von Reinaluminium und K sowie n sind Konstanten. In Kapitel 2.2.2 wurde dargelegt, dass für binäre Legierungen häufig von einem Exponenten $n \approx 1$ berichtet wird und somit ein linearer Zusammenhang besteht. Legt man diesen Wert den eigenen Messdaten zu Grunde, ergibt sich für Al-Mg eine Zunahme der Fließgrenze um etwa $K = 15 \text{ MPa/at.}\%$. Es ergibt sich somit eine gute Übereinstimmung mit Literaturwerten [106–108]. Der von Jobba et al. [109] bestimmte Wert weist mit $K = 18 \text{ MPa/at.}\%$ Mg eine etwas größere Fließspannungszunahme auf, ist jedoch wahrscheinlich auf die allgemein geringeren Korngrößen der dort untersuchten Legierungen zurückzuführen (vgl. Kapitel 2.2.2). Auch die Fließspannung für größere Dehnungsbeträge kann näherungsweise durch eine Gerade beschrieben werden. Die bestimmte Fließspannungserhöhung von $K = 40 \text{ MPa/at.}\%$ Mg für $\sigma_{0,20}$ ist etwas geringer als der von Ryen et al. [108] angegebene Wert von etwa $K = 48 \text{ MPa/at.}\%$ Mg. Der Unterschied könnte ebenfalls aus den unterschiedlichen Korngrößen der untersuchten Legierungen hervorgehen. Wahrscheinlicher ist jedoch der festigkeitssteigernde Einfluss von Verunreinigungen (z. B. Fe), welche bei Legierungen in [108] vorlagen.

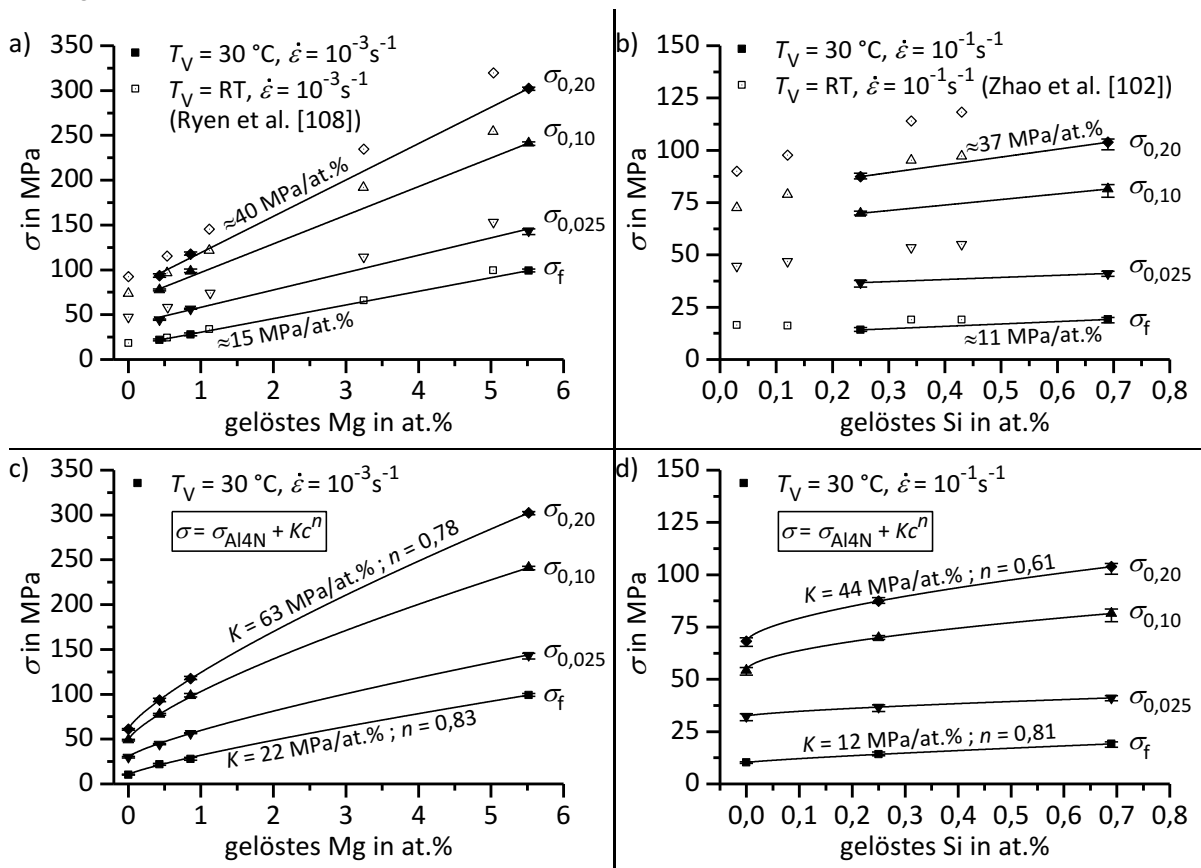


Abbildung 5.4: Vergleich ermittelter Spannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ (volle Symbole) mit Angaben aus der Literatur (offene Symbole) in Abhängigkeit des gelösten Legierungsgehaltes.
a+b) Annahme einer linearen Abhängigkeit ($n = 1$)
c+d) Annahme einer exponentiellen Abhängigkeit ($n < 1$)

Im System Al-Si wurden unter der Annahme von $n = 1$ Werte von $K = 11 \text{ MPa/at.}\%$ (σ_f) und $K = 37 \text{ MPa/at.}\%$ ($\sigma_{0,20}$) bestimmt (Abbildung 5.4 b). Die Entwicklung der Fließgrenze ist somit in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen von Zhao et al. [102], die eine Erhöhung um $K = 7,6 - 12,6 \text{ MPa/at.}\%$ angeben. Mit zunehmender Dehnung korrelieren die ermittelten Trendlinien jedoch immer weniger mit den Ergebnissen aus [102]. Dort wurden stets größere Fließspannungen ermittelt. Die ausgeprägtere Verfestigung ist auch in diesem Fall auf die Fe-Zusätze zurückzuführen, die den wesentlichen Unterschied zu den hier untersuchten Legierungen bilden. Die eigenen Ergebnisse widerlegen somit die in [102] getroffene Behauptung, wonach Si-Atome einen größeren Einfluss auf die Verformungsverfestigung besitzen als gelöste Mg-Atome.

Bezieht man in die Betrachtungen die Fließspannungswerte von Al₄N ($c = 0 \text{ at.}\%$) ein, wird deutlich, dass eine lineare Abhängigkeit von der Fremdatomkonzentration nur näherungsweise gilt. Der Exponent n nimmt bei genauerer Betrachtung Werte < 1 an, wie aus Abbildung 5.4 c und d hervorgeht. Die ermittelten Werte für Al-Mg-Legierungen zeigen große Ähnlichkeit zu den Ergebnissen von Sherby et al. [222], die in [223] sehr gut aufbereitet und analysiert worden sind. Für den Exponenten n wurden dort in Abhängigkeit von der Dehnung Werte zwischen 0,73 und 0,81 bestimmt. Auch für Al-Si ergeben sich durch Einbeziehung von Al₄N Werte von $n < 1$. Die Ergebnisse sprechen dafür, dass der Exponent mit steigendem Anteil an Verunreinigungen etwas zunimmt. Diese Vermutung wurde bereits von Ryen et al. [108] geäußert. Insbesondere die Reinheit des Aluminiums scheint eine große Rolle zu spielen. Bereits geringe Fe-Zusätze in kommerziellem Al bewirken eine deutliche Fließspannungserhöhung. Aus der konzentrationsabhängigen Betrachtung der Fließspannung wird nochmal ersichtlich, dass Si-Atome einen geringeren Einfluss auf das Festigkeits- und Fließverhalten besitzen als Mg-Atome. Die effektivere MK-Verfestigung durch Mg wird in der Literatur auf den Größenunterschied der Atomradien und einen größeren Moduleffekt im Vergleich zu gelöstem Si zurückgeführt. Beide Legierungselemente steigern auch die Verformungsverfestigung. Die Fließspannung bei großer Dehnung steigt mit zunehmender Fremdatomkonzentration im α -MK kontinuierlich an.

Die atomprozentualen Fließspannungserhöhungen von gelösten Mg- und Si-Atomen können angewendet werden, um einen additiven Zusammenhang der Verfestigungswirkung zu überprüfen. Da Fließkurven der Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} nur für eine Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ aufgenommen worden sind (vgl. Tabelle 3.6), bezieht sich nachfolgende Betrachtung auf diese Umformbedingung. Durch Erweiterung der Gleichung 5.1 auf das ternäre System Al-Mg-Si ergibt sich folgender Zusammenhang für die Fließgrenze:

$$(\sigma_f)_{\text{Al-Mg-Si}} = (\sigma_f)_{\text{Al}} + (Kc^n)_{\text{Mg}} + (Kc^n)_{\text{Si}} \quad (\text{Gleichung 5.2}).$$

Mit der Fließgrenze von Al₄N ($\sigma_f = 10 \text{ MPa}$) und den elementspezifischen Werten für Mg und Si (Abbildung 5.4 c bzw. d) lässt sich für die Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} eine Fließgrenze von $\sigma_f = 35,4 \text{ MPa}$ berechnen, sofern alle Legierungselementatome in Lösung vorliegen. Die Fremdatomkonzentrationen beider Elemente sind dafür in at.% einzusetzen. Experimentell

wurde für die Legierung AlMg_{0,6}Si_{0,8} eine Fließgrenze von $\sigma_f = 35,1$ MPa bestimmt (vgl. Abbildung 4.63 b). Die sehr geringe Abweichung deutet darauf hin, dass sich die Beiträge der MK-Verfestigung verschiedener Elementtypen auf die Fließgrenze tatsächlich additiv verhalten. Der Vergleich erfolgt jedoch unter der Annahme, dass die ermittelten Werte K und n für das System Al-Mg (Abbildung 5.4 c) in guter Näherung auch für die schnellere Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ Gültigkeit besitzen. Diese Annahme scheint begründet zu sein, da in Kapitel 4.2.2 eine sehr geringe Dehnratenempfindlichkeit der Al-Mg-Legierungen bei $T_V = 30^\circ\text{C}$ aufgezeigt werden konnte. Eine Dehnratenvariation hat insbesondere bei kleinen Dehnungsbeträgen keinen nennenswerten Einfluss auf das Fließverhalten. Verschiedene Dehnraten ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) führen somit zu nahezu identischen Fließgrenzen σ_f .

Es sei jedoch nochmals darauf hingewiesen, dass ein additiver Zusammenhang der Fließspannung zur gelösten Fremdatomkonzentration (Mg + Si) im Bereich plastischer Verformung nicht mehr festgestellt werden kann (Abbildung 5.3 c).

Mikrostrukturzustände mit Teilchen

In Forschungsarbeiten zu Verfestigungsmechanismen in Aluminiumlegierungen wird häufig die Aussage getroffen, dass Teilchen mit Abmessungen im μm -Bereich keinen Einfluss auf die Festigkeitseigenschaften haben (z. B. [219]). Entsprechend der Gleichung 2.19 können solch große Partikel leicht von Versetzungen umgangen werden, sodass die Verfestigungswirkung gering ausfällt. Die für die Legierung AlSi_{0,7} durchgeführte Versuchsreihe, bei der eine Variation der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K erfolgte, hat gezeigt, dass solche Aussagen keine Allgemeingültigkeit besitzen. In Abbildung 4.55 wurden Fließkurven verschiedener Mikrostrukturzustände miteinander verglichen, bei denen unterschiedliche Partikelkonfigurationen vorlagen. Vorangegangene Wärmebehandlungen wurden so durchgeführt, dass in den geprüften Proben keine Teilchen ($\dot{T}_K = 1 \text{ K/s}$), überwiegend NT-Partikel ($\dot{T}_K = 10^{-2} \text{ K/s}$) oder überwiegend HT-Partikel ($\dot{T}_K = 10^{-3} \text{ K/s}$) vorlagen. Hierbei zeigte sich, dass eine Reduzierung des Lösungsgehaltes im α -MK und die damit einhergehende Bildung grober Partikel (Abmessungen: einige μm) bei hohen Temperaturen $T_V \geq 300^\circ\text{C}$ keinen maßgeblichen Einfluss auf die Verformungsverfestigung besitzt. Auch auf die Fließgrenzen wirken sich grobe Partikel nicht merklich aus. Geringere Fließgrenzen in langsam abgekühlten Zuständen sind allein auf eine verringerte MK-Verfestigung zurückzuführen. Bei einer Umformtemperatur von $T_V = 30^\circ\text{C}$ wirken sich die in der Matrix verteilten, groben Teilchen jedoch sehr wohl auf das Verfestigungsverhalten der Legierung aus. Die vernachlässigbare Verfestigungswirkung inkohärenter Teilchen ist somit im Wesentlichen auf die Fließgrenze des Werkstoffes beschränkt.

Solche Mikrostrukturzustände mit Teilchen zeigen bei tiefen Temperaturen zu Beginn der plastischen Verformung eine größere Verfestigung, wodurch sich ein steilerer Anstieg der Fließkurven ergibt. Erst ab einem bestimmten Dehnungsbetrag zeigt sich eine zunehmend reduzierte Verfestigung im Vergleich zum reinen Mischkristall. Dieses Verhalten ist mit großer Wahrscheinlichkeit auf die Bildung von Versetzungsringen bzw. geometrisch

notwendigen Versetzungen (GND) zurückzuführen. Durch das Umgehen von groben, nicht schneidbaren Teilchen mittels Orowan-Mechanismus verbleiben um die Partikel Versetzungsringe zurück. GND bilden sich an den Grenzflächen Matrix/Teilchen, um den Materialzusammenhalt zu gewährleisten (Kapitel 2.2.2). Durch die Generation der zusätzlichen Versetzungen erhöht sich die Versetzungsdichte im Werkstoff, woraus die gesteigerte Verfestigungsrate zu Beginn der plastischen Verformung resultiert. Dass die genannten Mechanismen auch in binären Aluminiumlegierungen eine Rolle spielen, zeigten Zhao et al. anhand experimenteller Versuche einerseits [224] und durch Modellierung der Verfestigung andererseits [225]. Poole et al. [139] weisen unter Einbeziehung verschiedener Publikationen ebenfalls auf die Auswirkungen grober Partikel hin. Hinweise auf einen konkreten Einfluss von Si-Partikeln gibt Böhm [48].

Die effektivere Entfestigung durch dynamische Erholung in Mikrostrukturzuständen mit Teilchen, welche bei größeren Dehnungsbeträgen zu beobachten ist, wird vermutlich durch folgende Ursachen bewirkt. Die Bildung neuer Versetzungen in der Umgebung der Teilchen erfolgt lokal begrenzt. Dabei stellt sich recht zügig eine Sättigung der Versetzungsdichte ein, sodass die Bereiche mit GND im weiteren Verlauf der Verformung keinen weiteren Beitrag zur Verformungsverfestigung liefern. Aufgrund der hohen lokalen Versetzungsdichte kommt es außerdem bevorzugt zu Wechselwirkungen mit mobilen Versetzungen, die nachfolgend immobilisiert werden. GND begünstigen somit den Aufbau räumlicher Zellstrukturen, welche die elastischen Verspannungen des Kristallgitters reduzieren. Es ist auch denkbar, dass um benachbarte Teilchen gebildete Versetzungsringe teilweise annihilieren können, was zu einer zusätzlichen Entfestigung führt.

Um den Einfluss von Si-Partikeln auf das Verfestigungsverhalten noch detaillierter beurteilen zu können, wurden Mikrostrukturzustände eingestellt und miteinander verglichen, die eine nahezu identische Zusammensetzung des α -MK aufweisen und sich möglichst nur durch die vorliegende Partikelkonfiguration bei identischem Ausscheidungsvolumengehalt unterscheiden (Abbildung 4.56). Als Referenzzustand diente die Legierung AlSi0,25 mit vollständig übersättigtem α -MK (0,26 ma.% Si). Durch gezielte Wärmebehandlungen an AlSi0,7 wurden Proben mit einem identischen MK-Zustand eingestellt. Der verbleibende Si-Anteil sollte einerseits überwiegend als NT-Partikel ausgeschieden werden. In einem weiteren Fall sollte die Entmischung des α -MK bei höheren Temperaturen erfolgen, sodass überwiegend HT-Partikel im resultierenden Gefüge vorliegen. Die in AlSi0,7 gebildeten Teilchen sind in beiden Fällen zu grob, um einen direkten Festigkeitsanstieg (Fließgrenze) zu bewirken. Es wurde jedoch gezeigt, dass die Partikelart bzw. die Partikelverteilung einen entscheidenden Einfluss auf das Verfestigungsverhalten hat. Zustände mit sehr groben HT-Partikeln (ausgeschiedener Volumengehalt in wenigen, weit voneinander entfernten Partikeln gebunden) weisen ein nahezu identisches Festigkeits- und Fließverhalten wie der reine MK auf. Bei Zuständen mit überwiegend plattenförmigen NT-Partikeln (ausgeschiedener Volumengehalt in vergleichsweise höherer Anzahl an Partikeln mit geringerem Abstand

zueinander gebunden) zeigt sich eine gesteigerte Verformungsverfestigung. Diese Feststellung kann mit verschiedenen Erklärungsansätzen begründet werden. Teilkohärente Grenzflächen der NT-Partikel könnten periodisch angeordneten Versetzungen aufweisen [46]. Somit ist denkbar, dass es vermehrt zu Wechselwirkungen zwischen den vorliegenden Versetzungsstrukturen und mobilen Versetzungen kommt. Es ist außerdem bekannt, dass die Dichte aller GND bei konstantem Volumenanteil mit abnehmender Teilchengröße und somit größerer Teilchenanzahl zunimmt [115]. Die Mikrostrukturuntersuchungen haben gezeigt, dass Teilchengröße und -anzahl stark von der Abkühlgeschwindigkeit abhängen (z. B. Abbildung 4.27). Der untersuchte Zustand mit gesteigerter Verfestigung weist somit deutlich kleinere, gleichzeitig jedoch eine größere Anzahl an Si-Teilchen auf. Es könnte dadurch im Verlauf der Verformung zu einer stärkeren Zunahme der Versetzungsdichte kommen.

5.2.2 Einfluss der Temperatur auf das Fließverhalten

Die Auswirkungen erhöhter Temperaturen auf das Festigkeits- und Fließverhalten wurden für alle Werkstoffe detailliert untersucht. Es sei darauf hingewiesen, dass die mechanischen Eigenschaften nicht anhand konventioneller Warmzugversuche bestimmt worden sind. Die systematische Untersuchung des Temperatureinflusses erfolgte durch thermomechanische Analysen. Diese Vorgehensweise ermöglichte es, prozessnahe Wärmebehandlungen vorzunehmen und daraus resultierende, unterkühlte Ungleichgewichtszustände der Mikrostruktur mittels mechanischer Prüfverfahren zu analysieren.

In Kapitel 2.2.3 wurde ausgeführt, dass der mechanisch aufzubringende Spannungsanteil für Versetzungsbewegungen durch thermische Aktivierung herabgesetzt werden kann. Die große Abhängigkeit des thermischen Fließspannungsanteils von der Temperatur wird anhand der Fließkurven aller Legierungen deutlich. Eine wesentliche Erhöhung der Umformtemperatur führt für alle untersuchten Werkstoffe zu geringeren Fließgrenzen und einer weniger ausgeprägten Verformungsverfestigung. Die grundsätzlichen Ursachen für die Herabsetzung der Festigkeit wurden bereits erläutert. Bis zu einer Temperatur von etwa $T_V = 100\text{ °C}$ ($T < 0,4 \cdot T_S$ für Al) trägt die thermische Aktivierung dazu bei, die Reibspannung in der Gleitebene von Versetzungen zu überwinden. Bei einer weiteren Erhöhung der Temperatur können auch Schneidprozesse von Waldversetzungen und das Quergleiten von Schraubenversetzungen einfacher ablaufen, was zu einer weiteren Verringerung der Fließspannung führt. Ein zusätzlicher Vorgang mit Bedeutung ist das diffusionsgesteuerte Klettern von Stufenversetzungen, um Hindernisse zu umgehen. Das Spannungs-Dehnungs-Verhalten der Werkstoffe wird auch bei erhöhter Temperatur durch mikrostrukturelle Gegebenheiten beeinflusst. Die Annihilation und Anordnung von Versetzungen spielen weiterhin eine entscheidende Rolle. Die erhöhte Beweglichkeit von Versetzungen bei hohen Temperaturen ermöglicht eine zunehmende Auslöschung von Versetzungen und erleichtert die Anordnung von Versetzungen in Zellstrukturen. Hiermit ist die allgemein festzustellende Verringerung der Verformungsverfestigung zu erklären.

Für reines Aluminium und die binären Legierungen stellt sich insbesondere bei langsamen Dehnraten bei Temperaturen ab etwa $T_V = 300\text{ °C}$ mit zunehmender Dehnung eine Sättigungsspannung ein. Es ist dann keine weitere Zunahme der Fließspannung mehr festzustellen. Somit scheint sich ein Gleichgewicht zwischen der Bildung neuer und der Annihilation vorhandener Versetzungen einzustellen. Die mit steigender Temperatur abnehmende Verfestigung geht neben den Fließkurven auch aus den Kocks-Mecking-Plots aller Werkstoffe hervor. Die Verfestigungsrate θ fällt bei hohen Temperaturen deutlich schneller ab. Der Bereich III (vgl. Abbildung 2.2 b) der Verfestigungskurve reagiert somit nicht nur auf Abweichungen in der Mikrostruktur, sondern auch sehr empfindlich auf eine Temperaturänderung. Insbesondere bei hohen Temperaturen fällt zudem auf, dass sich der Abfall über der Fließspannung nicht ausschließlich linear verhält. Vor Erreichen einer Sättigungsspannung ist stets ein ausgeprägter Übergang vom Bereich III der Verfestigung zum Bereich IV entsprechend der schematischen Darstellung in Abbildung 2.2 b festzustellen. Anhand der Kocks-Mecking-Plots ist außerdem ersichtlich, dass die anfängliche Verfestigungsrate von reinem Aluminium mit steigender Temperatur abfällt. Es ist bekannt, dass θ_0 vom Schubmodul G abhängt [139] und auf Grund der Temperaturabhängigkeit von G ebenfalls abnehmen muss. Aus den Kocks-Mecking-Plots der Legierungen geht jedoch auch hervor, dass die tatsächliche anfängliche Verfestigungsrate einiger Werkstoffe bei Temperaturerhöhung ansteigen kann. Obwohl die grundsätzlichen entfestigenden Mechanismen bei allen untersuchten Werkstoffen auftreten, gilt es daher auch beim Temperatureinfluss zwischen den einzelnen Werkstoffen zu differenzieren.

Ein sehr klares Bild der Temperaturabhängigkeit ergibt sich für reines Aluminium. Mit steigender Temperatur ist sowohl für die Fließgrenze als auch für die Verformungsverfestigung ein kontinuierlicher Abfall zu erkennen. Ein besonders kritischer Temperaturbereich, ab welchem es zu einem besonders starken Absinken der Fließspannung kommt, ist nicht zu benennen. Bereits eine moderate Erhöhung auf $T_V = 100\text{ °C}$ führt zu einer Verringerung erreichbarer Fließspannungen. Bei weiterer Erhöhung setzt sich der Abfall weiter fort. Die beständige Abnahme der Fließspannungen geht besonders gut aus dem Verlauf der Spannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ in Abbildung 4.1 hervor.

Zieht man für einen Vergleich die Verläufe der Al-Mg-Legierungen heran, ergibt sich ein unterschiedliches Bild. Zunächst fällt auf, dass die Fließgrenze für alle drei Varianten nur unwesentlich von der Temperatur beeinflusst wird. Dieses Verhalten ist aus der Publikation von Yanagawa et al. [110] für eine hochlegierte Al-Mg-Legierung bis $T_V = 200\text{ °C}$ bekannt. Die eigenen Ergebnisse zeigen, dass sich auch bei einer Temperatur von $T_V = 300\text{ °C}$ lediglich bei kleinen Dehnraten eine leichte Verringerung von σ_f einstellt. Bei einer Umformtemperatur von $T_V = 200\text{ °C}$ ergibt sich teilweise sogar eine leichte Erhöhung von σ_f und $\sigma_{0,025}$. Somit wird deutlich, dass gelöste Mg-Atome die Warmfestigkeit steigern. Der zu Grunde liegende Mechanismus ist vermutlich die Anreicherung von Mg-Atomen in der Umgebung der Versetzungslinien. Die thermische Aktivierung scheint in diesem Temperaturbereich nicht auszureichen,

um die Versetzungen von den Atomen loszureißen und eine wesentliche Reduzierung des thermischen Spannungsanteils zu bewirken. Die erhöhte anfängliche Verfestigungsrate im Bereich $T_V = 200\text{ °C}$ könnte durch das Mitdiffundieren von Mg-Atomen mit Versetzungen begründet werden. Die gesteigerte Warmfestigkeit durch Mg wird auch anhand der im Vergleich zu Al4N gesteigerten Verformungsverfestigung ersichtlich. Insbesondere bei $T_V = 100\text{ °C}$ fällt die temperaturbedingte Entfestigung viel geringer aus als bei reinem Aluminium. Bei AlMg5 ist kein signifikanter Unterschied zwischen Fließkurven bei $T_V = 30\text{ °C}$ und $T_V = 100\text{ °C}$ festzustellen. Ein kontinuierlicher Abfall der Spannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ erfolgt bei den Al-Mg-Legierungen somit nicht. Erst ab Temperaturen $T_V > 100\text{ °C}$ ist mit zunehmender Dehnung eine erhebliche Entfestigung zu beobachten. Auffällig ist dabei, dass der absolute Fließspannungsabfall mit steigendem Mg-Gehalt wesentlich ausgeprägter ist, was in einem steileren Verlauf der Spannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ über der Temperatur zum Ausdruck kommt. Ein Erklärungsansatz für das festgestellte Fließverhalten basiert abermals auf der Bildung von Mg/Leerstellen-Komplexen während der Abkühlung vom Lösungsglühen. Die Mg-Gehalte der untersuchten Legierungen sind nach [29] hoch genug, um derartige Komplexe zu bilden und übersättigte Leerstellen zu binden. Diese Cluster treten oberhalb von $T = 100\text{ °C}$ scheinbar noch nicht auf. Die freien Leerstellen ermöglichen hier das Klettern von Versetzungen, was nach [226] ab Temperaturen oberhalb etwa 180 °C wahrscheinlich ist. Die erhebliche Entfestigung der Al-Mg-Legierungen bei $T_V \geq 200\text{ °C}$ scheint somit auf das Vorhandensein freier Leerstellen zurückzuführen zu sein. Bei tieferen Temperaturen könnte es zur Bildung der Mg/Leerstellen-Komplexe kommen, die bereits bei $T = 100\text{ °C}$ festigkeitssteigernd wirken.

Dass in Al-Mg-Legierungen ein besonderer Mechanismus vorliegen muss, wird auch anhand der Ergebnisse an Al-Si-Legierungen deutlich. Eine vergleichbare Erhöhung der Warmfestigkeit durch gelöstes Si ist nicht erkennbar (Abbildung 4.47, Abbildung 4.51). Zwar ergeben sich bis $T_V = 300\text{ °C}$ recht konstante Werte für σ_f , die Verformungsverfestigung fällt jedoch bereits bei $T_V = 100\text{ °C}$ wesentlich geringer aus als bei $T_V = 30\text{ °C}$. Bei weiterer Erhöhung der Umformtemperatur ist wie auch bei Al4N ein kontinuierlicher Abfall zu verzeichnen. Das Verhalten spricht dafür, dass keine Bindung von Leerstellen an Si-Atome erfolgt, wodurch Komplexe mit festigkeitssteigernder Wirkung gebildet werden würden. Dies korreliert mit den Ausführungen in Kapitel 5.2.1 und dem in der Literatur häufig beschriebenen Mechanismus der Leerstellenkondensation.

Den Einfluss der MK-Zusammensetzung auf das Fließverhalten bei erhöhter Temperatur zeigt die Abbildung 5.5. In den binären Legierungen resultieren Fließspannungsunterschiede im Wesentlichen direkt aus Abweichungen der Fließgrenzen σ_f . Die Auswirkungen gelöster Elemente auf die Verformungsverfestigung, d. h. auf den weiteren Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven, sind im Vergleich zur Umformung bei tiefen Temperaturen erheblich reduziert. Erholungsprozesse laufen scheinbar sowohl in Reinaluminium als auch in den binären Legierungen beschleunigt ab, sodass gelöste Legierungselementatome keine große Wirkung mehr besitzen.

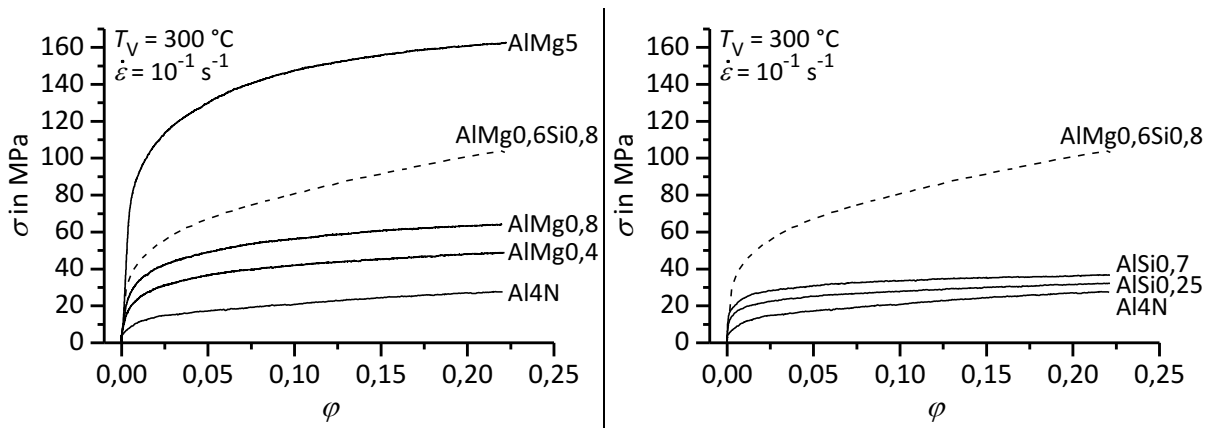


Abbildung 5.5: Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei $T_V = 300\text{ °C}$ für verschiedene Werkstoffe nach überkritischer Abkühlung nach Lösungsglühung (reine Mischkristalle).

Ein Auffächern der Fließkurven, wie es bei tiefen Temperaturen erfolgt (Abbildung 5.3), wird nicht festgestellt. Anders als bei $T_V = 30\text{ °C}$ (Abbildung 5.4), hängt die atomprozentuale Fließspannungssteigerung somit nicht mehr wesentlich vom betrachteten Dehnungsbetrag ab. Alle Fließspannungen $\sigma_{|\varphi_i}$ steigen bei zunehmendem Lösungsgehalt um einen ähnlichen Betrag. Dabei liefert gelöstes Mg auch bei $T_V = 300\text{ °C}$ einen größeren Festigkeitsbeitrag als Si.

Für die ternäre Legierung $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ wird hingegen ein unterschiedliches Verfestigungsverhalten ersichtlich. Zwar kann anhand des Kocks-Mecking-Plots (Abbildung 4.64) auch für $\text{AlMg}_{0,6}\text{Si}_{0,8}$ eine Unterscheidung verschiedener Verfestigungsbereiche (Bereich III und IV) erfolgen (vgl. Abbildung 2.2 b), eine Sättigungsspannung stellt sich bei $T_V = 300\text{ °C}$ im untersuchten Dehnungsbereich jedoch nicht ein. Auch bei einem Dehnungsbetrag $\varphi > 0,2$ weist die Verfestigungsrate θ noch positive Werte auf. Der steilere Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve der ternären Legierung kann somit nicht durch eine rein additive Überlagerung von Kurven der binären Legierungen erfolgen.

Wie in Kapitel 2.1 dargelegt worden ist, handelt es sich bei den untersuchten Werkstoffzuständen um unterkühlte Zustände. Der vorliegende, übersättigte MK-Zustand ist somit metastabil und bestrebt, sich durch Phasenumwandlungen einem Gleichgewichtszustand anzunähern. Trotz überkritischer Abkühlung auf die Verformungstemperatur könnte es demnach beim isothermen Halten während des Stauchversuchs zu einer Entmischung des α -MK kommen. Es besteht insbesondere bei hohen Temperaturen die Möglichkeit, dass sich während der Beanspruchung Teilchen bilden, die eine festigkeitssteigernde Wirkung haben und somit zum beobachteten Verfestigungsverhalten während der Umformung führen könnten. Es ist auch bekannt, dass derartige Festphasenumwandlungen durch gleichzeitige Deformation beschleunigt ablaufen können [87]. Neu generierte Versetzungen dienen dabei als Keimstellen und Diffusion von Fremdatomen wird durch die von Versetzungen erzeugten Leerstellen erleichtert. Dennoch sind die Phasenumwandlungen zeitabhängige Prozesse. Da die Stauchversuche verzögerungsfrei direkt nach Erreichen der Umformtemperatur durchgeführt worden sind (Abbildung 3.8) und die gesamte Umformung bei einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ insgesamt $\Delta t = 2\text{ s}$ dauert, kann eine Ausscheidungsbildung während der

Umformung weitgehend ausgeschlossen werden. Auf eine Untersuchung geringerer Dehngeschwindigkeiten wurde für AlMg_{0,6}Si_{0,8} hingegen verzichtet, da isotherme Phasenumwandlungen bei Umformzeiten von $\Delta t = 20 \text{ s}$ ($\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) und $\Delta t = 200 \text{ s}$ ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) mit hoher Wahrscheinlichkeit ablaufen. Hierauf deuten isotherme Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme technischer Legierungen mit vergleichbaren Mg- und Si-Gehalten (z. B. EN AW-6005A) hin [227].

Die Umwandlungskinetik der binären Legierungen ist auch bei hohen Temperaturen äußerst träge, sodass während des Stauchversuchs keine signifikante Entmischung des α -MK zu erwarten ist. Das beobachtete Verfestigungsverhalten von AlMg_{0,6}Si_{0,8} ist daher mit großer Wahrscheinlichkeit allein auf die MK-Zusammensetzung zurückzuführen. Die hohe Warmfestigkeit der Legierung zeigt sich auch in Abbildung 4.63. Für die untersuchte Dehnrage ergibt sich eine signifikante Abnahme der Fließspannungswerte $\sigma_{|\varphi_i}$ erst bei Temperaturen $T_V \geq 200 \text{ °C}$. Die sehr ähnlichen Fließspannungswerte bei $T_V = 30 \text{ °C}$ und $T_V = 100 \text{ °C}$ könnten auch bei dieser Legierung mit der Bildung von Fremdatom/Leerstellen-Komplexen zu erklären sein [65]. Bei Temperaturen $T_V = 200 - 300 \text{ °C}$ liegen diese Cluster vermutlich noch nicht vor. Die freien Leerstellen begünstigen die Diffusion von Fremdatomen und könnten der Grund für die höhere anfängliche Verfestigungsrate in diesem Temperaturbereich sein. Gleichzeitig ermöglichen sie bei größeren Dehnungsbeträgen entfestigende Mechanismen, sodass die Fließkurven zunehmend abflachen. Auch die Bildung von Clustern aus Mg- und Si-Atomen ist denkbar und könnte das unterschiedliche Fließverhalten im Vergleich zu binären Legierungen erklären. Es ist demnach zu vermuten, dass nicht allein die gelöste Fremdatomkonzentration die Fließspannungserhöhung bestimmt, sondern auch die Verteilung gelöster Atome im α -MK von Bedeutung ist.

5.2.3 Einfluss der Dehngeschwindigkeit auf das Fließverhalten

Im vorangegangenen Kapitel wurde deutlich, dass die Temperatur einen erheblichen Einfluss auf das Festigkeits- und Fließverhalten der untersuchten Legierungen im unterkühlten Zustand hat. Allgemein begründet liegt der Einfluss in der thermischen Aktivierung von Versetzungsbewegungen und in den durch Diffusionsprozesse ermöglichten Entfestigungsmechanismen – beispielsweise dem Klettern von Stufenversetzungen. Die metallphysikalischen Vorgänge sind dabei zeitabhängig, sodass auch die Dehngeschwindigkeit einen großen Einfluss auf die Fließspannungen besitzt. Allgemein betrachtet lässt sich feststellen, dass die dynamische Entfestigung mit zunehmender Umformgeschwindigkeit eingeschränkt wird. Bei sonst gleichen Bedingungen wird die Fließspannung bei Zunahme der Dehngeschwindigkeit meist zu höheren Werten verschoben. Insbesondere bei hohen Temperaturen wird der Einfluss der Dehngeschwindigkeit deutlich. Die Ergebnisse zeigen jedoch auch, dass der Dehnrateneinfluss ebenso wie der Temperatureinfluss werkstoffabhängig ist und somit von der Mikrostruktur bestimmt wird.

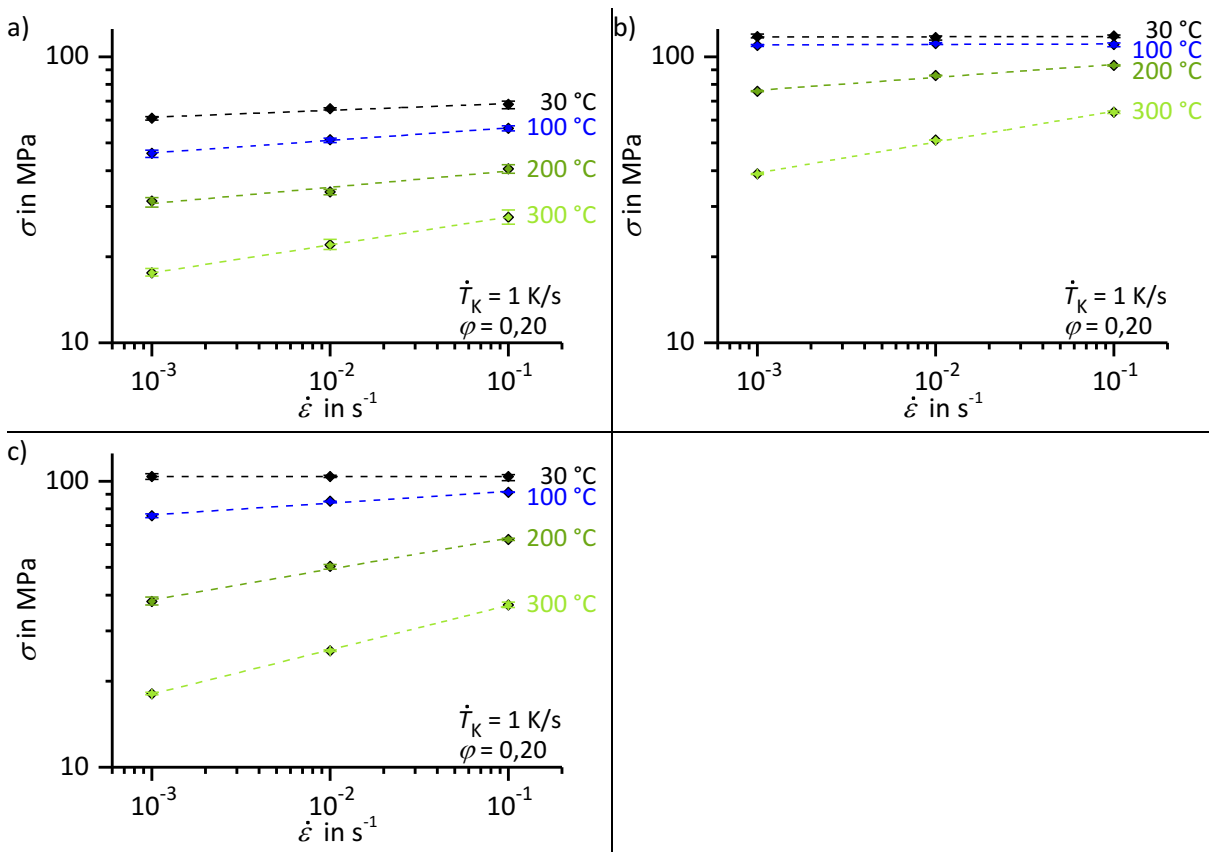


Abbildung 5.6: Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,20}$ nach überkritischer Abkühlung auf die angegebene Verformungstemperatur T_V .

- a) Al4N
- b) AlMg0,8
- c) AlSi0,7

Die Geschwindigkeitsabhängigkeit wird für Al4N, AlMg0,8 und AlSi0,7 nochmals exemplarisch in Abbildung 5.6 betrachtet. Es sind die Fließspannungswerte $\sigma_{0,20}$ bei einer Dehnung von $\varphi = 0,20$ für unterschiedliche Temperaturen in Abhängigkeit der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ doppelt-logarithmisch aufgetragen. Die logarithmisch dargestellte Fließspannung reinen Aluminiums (Abbildung 5.6 a) zeigt für alle betrachteten Temperaturen mit zunehmender Dehngeschwindigkeit einen kontinuierlichen Anstieg. Bei tiefen Temperaturen verlaufen die Geraden vergleichsweise flach. Die Fließspannung hängt somit nur wenig von der Umformgeschwindigkeit ab. Mit steigender Temperatur nimmt der Anstieg der Geraden zu, sodass die Dehnratenempfindlichkeit steigt.

Für die Legierung AlMg0,8 (Abbildung 5.6 b) verlaufen die Geraden unterhalb $T_V = 200 \text{ °C}$ horizontal. Der Werkstoff ist in diesem Temperaturbereich praktisch unabhängig von der Dehnrates. Erst bei höheren Temperaturen nimmt der Anstieg der Verläufe zu, was auf eine steigende Dehnratenempfindlichkeit hindeutet.

Für den Werkstoff AlSi0,7 zeigt sich eine Abhängigkeit von der Umformgeschwindigkeit bereits ab $T_V = 100 \text{ °C}$. Mit weiter ansteigender Temperatur zeigt sich eine rapide Zunahme der Geradensteigungen. Die Dehnratenempfindlichkeit ist bei Temperaturen $T_V \geq 200 \text{ °C}$ deutlich ausgeprägter als bei der Al-Mg-Legierung mit vergleichbarem Lösungsgehalt und

ebenfalls höher als bei Al4N. Anhand der großen Dehnratenabhängigkeit von AlSi0,7 bei hohen Temperaturen ist ersichtlich, dass gelöstes Si unter bestimmten Umformbedingungen keinen festigkeitssteigernden Einfluss mehr besitzt. Bei $T_V = 300\text{ °C}$ und einer langsamen Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ ergibt sich ein identischer Fließspannungswert $\sigma_{0,20}$ wie bei Al4N. Erst bei tieferen Temperaturen bzw. höheren Dehnraten weist die Legierung AlSi0,7 größerer Fließspannungswerte als reines Aluminium auf. Gelöstes Mg führt im Gegensatz dazu auch bei sehr langsamer Umformung zu einer Festigkeitssteigerung. Sowohl bei tiefen als auch hohen Verformungstemperaturen liegen die ermittelten Fließspannungswerte oberhalb der Werte von Al4N.

Der lineare Zusammenhang zwischen Fließspannung und Dehnrates, der sich in doppelt-logarithmischer Darstellung zeigt, bestätigt die durch das Potenzgesetz in Gleichung 2.20 beschriebene Abhängigkeit im betrachteten Dehngeschwindigkeitsbereich. Dieses Verhalten wurde näherungsweise für alle untersuchten Werkstoffe und sämtliche Umformparameter festgestellt und ist die Grundvoraussetzung für die Berechnung der Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit nach den in Kapitel 3.4 beschriebenen Verfahren. Die nachgewiesene Abhängigkeit lässt es zu, die Dehnratenempfindlichkeit numerisch über den Index m auszudrücken. Eine ausführliche Betrachtung erfolgte werkstoffspezifisch in Kapitel 4.

Für Al4N wurde bei $T_V = 30\text{ °C}$ eine geringe SRS von $m \approx 0,02$ und somit ein Wert ermittelt, der typisch für Metalle mit kfz-Gitter ist [85]. Es ist außerdem bekannt, dass die SRS mit steigender Temperatur auf Werte bis etwa $m = 0,2$ ansteigen kann. Die durchgeführten Versuche spiegeln einen kontinuierlichen Anstieg wider. Für $T_V = 500\text{ °C}$ wurde ein entsprechend hoher Wert von $m \approx 0,18$ ermittelt. Die Dehnratenempfindlichkeit ist dabei meist unabhängig vom Betrag der Dehnung (Abbildung 4.4). Erst bei sehr hohen Temperaturen ($T_V \geq 400\text{ °C}$) ist eine Dehnungsabhängigkeit erkennbar. Während sich bei langsamer Dehnrates sehr rasch eine Sättigungsspannung einstellt, ist bei schneller Umformung noch ein gewisses Maß an Verfestigung nachzuweisen. Dies geht auch aus den Kocks-Mecking-Plots in Abbildung 4.2 hervor. Die Fließspannungsdifferenz bei variierender Dehnrates wächst dadurch mit zunehmender Dehnung an, woraus die Abhängigkeit von der Dehnung resultiert.

Die SRS der Al-Mg-Legierungen zeigt im untersuchten Temperaturbereich $T_V = 30 - 300\text{ °C}$ ebenfalls nur eine geringe Abhängigkeit vom Dehnungsbetrag. Alle untersuchten Legierungsvarianten sind bei tiefen Temperaturen dehnratenunempfindlich. Unterschiede in Spannungs-Dehnungs-Verläufen bei verschiedenen Dehngeschwindigkeiten sind sowohl bei $T_V = 30\text{ °C}$ als auch bei $T_V = 100\text{ °C}$ marginal. Für AlMg5 ist bei $T_V = 30\text{ °C}$ sogar eine leicht negative Dehnratenempfindlichkeit festzustellen. Wie in Kapitel 2.2.3 beschrieben, tritt eine negative SRS bei Al-Mg-Legierungen häufig auf und wird mit dem PLC-Effekt in Verbindung gebracht, der für diese Legierung bei tiefen Umformtemperaturen auch in dieser Arbeit nachgewiesen worden ist (Abbildung 4.15, Abbildung 4.20). Bei Betrachtung der Temperaturabhängigkeit des Fließverhaltens im vorangegangenen Kapitel wurde zudem diskutiert, dass Mg/Leerstellen-Komplexe eine Entfestigung bei leichter Temperaturerhöhung auf $T_V = 100\text{ °C}$

behindern. Die Unabhängigkeit der Fließspannung von der Dehnrates bei dieser Temperatur deutet ebenfalls darauf hin, dass thermische Aktivierung für die mikrostrukturelle Konfiguration nicht zu einer Entfestigung führt. Die durch die Gitterstörungen aufgebrachte elastische Verspannung (Hinderniswirkung) ist scheinbar so groß, dass die zusätzliche thermische Energie auch bei langsamer Dehnrates nicht ausreicht, um Versetzungsbewegungen zu unterstützen und eine Verringerung des thermischen Fließspannungsanteils zu bewirken. Erst bei höheren Temperaturen $T_V \geq 200\text{ °C}$ zeigt sich eine Fließspannungsabhängigkeit von der Dehnrates. Die SRS steigt dann mit zunehmender Temperatur kontinuierlich an. Sehr ähnliche Ergebnisse wurden von Romhanji et al. [134] an einer kommerziellen Legierung mit 6,8 ma.% Mg veröffentlicht. Die SRS nimmt bei dieser Legierung ab etwa 150 °C deutlich zu. Im Temperaturbereich $T_V = 100 - 200\text{ °C}$ muss demnach eine Änderung der mikrostrukturellen Gegebenheiten erfolgen. Die bei $T_V = 100\text{ °C}$ festgestellte Unempfindlichkeit aller Al-Mg-Legierungen gegenüber der Dehnrates stellt einen wesentlichen Unterschied zu reinem Aluminium als auch zu den binären Al-Si-Legierungen dar, wo Temperaturänderungen stets einen direkten Einfluss auf den Index m nach sich ziehen.

Interessanterweise sind die SRS und ihr temperaturabhängiges Verhalten nahezu unabhängig vom Mg-Gehalt. Während alle untersuchten Al-Mg-Legierungen bei tiefen Temperaturen unempfindlich auf die Dehnrates reagieren, steigt die scheinbare SRS bei $T_V = 200\text{ °C}$ stark an und nimmt Werte von $m \approx 0,05$ an. Bei $T_V = 300\text{ °C}$ stellt sich bei allen Legierungsvarianten ein Wert von $m \approx 0,10$ ein. Die Dehnratesempfindlichkeit in diesem Temperaturbereich ist der SRS von Al4N somit sehr ähnlich. Hierbei sei nochmals darauf hingewiesen, dass die hervorgerufenen Spannungsunterschiede bei identischer Dehnratesempfindlichkeit zweier Werkstoffe für den festeren Werkstoff höher ausfallen. Sehr deutlich wird dies im direkten Vergleich zwischen Al4N (Abbildung 4.3) und AlMg5 (Abbildung 4.18) bei Temperaturen von $T_V = 200 - 300\text{ °C}$.

Die binären Al-Si-Legierungen zeigen sich bei tiefen Temperaturen dehnratesunempfindlich. Bei $T_V = 30\text{ °C}$ kann eine schwach ausgeprägte negative Dehnratesempfindlichkeit nachgewiesen werden. Auf dieses Verhalten wiesen auch Zhao et al. [102] bei einer Al-Si-Legierung mit 0,5 ma.% Si hin. Zurückgeführt wurde die negative SRS erneut auf dynamische Reckalterungserscheinungen bei langsamer Dehnrates. Dass der PLC-Effekt für Al-Si-Legierungen auch bei höheren Temperaturen Einfluss besitzt, kann jedoch weitgehend ausgeschlossen werden. Eine Temperaturerhöhung auf $T_V = 100\text{ °C}$ hat einen erheblichen Fließspannungsabfall bei langsamer Dehnrates zur Folge. Das bei Al-Mg-Legierungen beobachtete Werkstoffverhalten mit weiterhin dehnratesunabhängiger Fließspannung zeigt sich somit nicht. Vielmehr steigt die Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit ähnlich wie bei Al4N mit zunehmender Temperatur kontinuierlich an.

Die SRS der Al-Si-Legierungen nimmt ab $T_V > 100\text{ °C}$ größere Werte an als bei reinem Aluminium. Während bei Al-Mg-Legierungen keine Abhängigkeit vom Mg-Gehalt nachge-

wiesen werden konnte, zeigt sich bei Al-Si-Legierungen für hohe Temperaturen eine Steigerung der SRS mit zunehmendem Anteil an gelöstem Si. Begründet liegt die zunehmende SRS darin, dass gelöstes Si bei entsprechend hoher Temperatur nur noch bei ausreichend schneller Dehnrates einen festigkeitssteigernden Einfluss besitzt. Bei langsamer Umformung stellt sich sehr schnell eine Sättigungsspannung ein und der Si-Gehalt im α -MK wirkt sich nicht mehr auf die Verformungsverfestigung aus. Dieses Werkstoffverhalten wird in Abbildung 5.7 hervorgehoben. Dargestellt sind Fließspannungswerte $\sigma_{0,20}$ der verschiedenen Werkstoffe, die sich bei Umformung bei $T_V = 300\text{ °C}$ für zwei unterschiedliche Dehnrates ergeben. Aus Abbildung 5.7 a geht hervor, dass die Fließspannung sowohl für eine langsame Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ als auch für eine schnelle Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ mit zunehmendem Gehalt an gelöstem Mg ansteigt. Durch das nahezu gleichbleibende Spannungsverhältnis beider Umformgeschwindigkeiten, ergibt sich für alle Werkstoffe ein ähnlicher Wert für die SRS. Betrachtet man jedoch den Einfluss von Si, wird ersichtlich, dass die Fremdatome bei einer langsamen Dehnrates ($\dot{\epsilon} = 10^{-3}\text{ s}^{-1}$) keine Fließspannungserhöhung mehr bewirken. Beide Legierungsvarianten weisen etwa dieselben Werte $\sigma_{0,20}$ wie Al4N auf. Bei erhöhter Dehngeschwindigkeit zeigt sich hingegen auch bei $T_V = 300\text{ °C}$ ein Si-Einfluss. Das Spannungsverhältnis zwischen den Umformrates und somit auch die SRS nehmen mit steigendem Si-Gehalt zu.

Die Ursache für das festgestellte Verhalten ist in einem Zusammenspiel aus der Zeitabhängigkeit der thermischen Aktivierung von Versetzungsbewegungen und im aus der Mikrostruktur der Werkstoffe resultierenden, unterschiedlichen Entfestigungsverhalten zu sehen. Wie in Kapitel 2.2.3 beschrieben, wird der thermisch aktivierbare Fließspannungsanteil maßgeblich von der Temperatur und der Dehngeschwindigkeit beeinflusst. Es ergibt sich eine reziproke Abhängigkeit zwischen beiden Einflussfaktoren. Eine erhöhte Dehnrates wirkt sich daher ähnlich auf die erforderliche Fließspannung aus wie eine Verringerung der Temperatur.

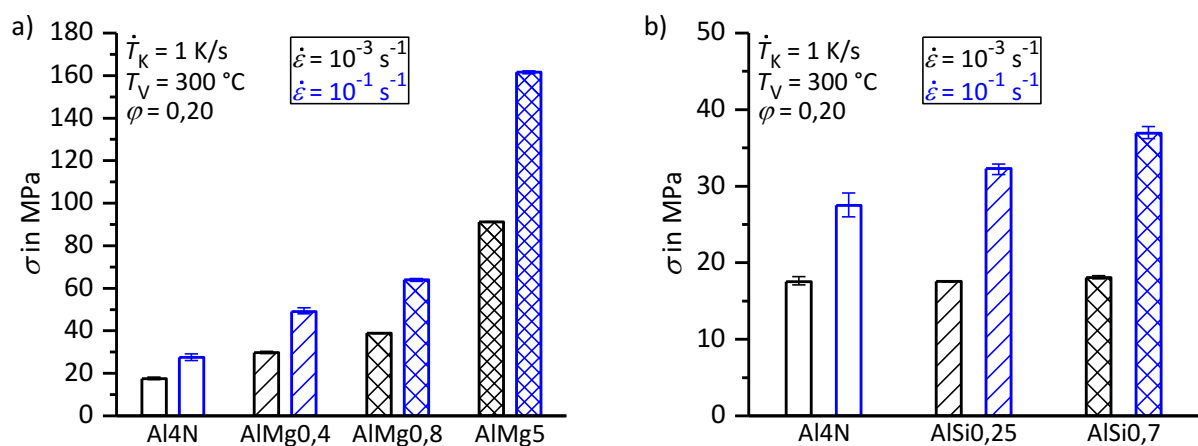


Abbildung 5.7: Einfluss hoher Umformtemperatur ($T_V = 300\text{ °C}$) auf die Dehnratesabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,20}$ von binären Legierungen nach überkritischer Abkühlung.

a) Al-Mg-Legierungen

b) Al-Si-Legierungen

Die Abhängigkeit des thermischen Fließspannungsanteils ist in Abbildung 5.8 nochmals schematisch dargestellt. Anhand Abbildung 5.8 a wird deutlich, dass die kritische Temperatur, ab welcher die Deformation rein athermisch erfolgt, mit steigender Dehnrates zunimmt. Für die langsame Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ist die aufgebrachte thermische Energie für die Versetzungsbewegung scheinbar groß genug, um die aufgebaute Hinderniswirkung der gelösten Si-Atome zu überwinden. Die Fließspannung entspricht dem athermischen Anteil. Bei schnellerer Dehnrates setzt sich die mechanisch aufzubringende Fließspannung hingegen aus athermischem und thermischem Anteil zusammen. Die Lösungskonzentration im α -MK ist in diesem Fall von Bedeutung.

Die Unterschiede der thermischen Aktivierung bei Al-Mg- und Al-Si-Legierungen drückt sich auch in den Kocks-Mecking-Plots bei langsamer Dehnrates aus. Das Entfestigungsverhalten der binären Legierungssysteme variiert bei hohen Temperaturen sehr stark. Al-Mg-Legierungen weisen selbst bei $T_V = 300 \text{ °C}$ noch ein ausgeprägtes Maß an Verfestigung auf. Für beide Al-Si-Varianten ist die Verfestigung hingegen äußerst gering. Die Verfestigungsrate θ geht schon nach geringem Spannungsanstieg auf null zurück. Somit stellt sich sehr schnell eine Sättigungsspannung ein, die über den weiteren Verlauf der Umformung aufrechterhalten wird. Ein Temperaturanstieg begünstigt daher insbesondere bei langsamer Umformung die dynamischen Entfestigungsvorgänge in Al-Si-Legierungen.

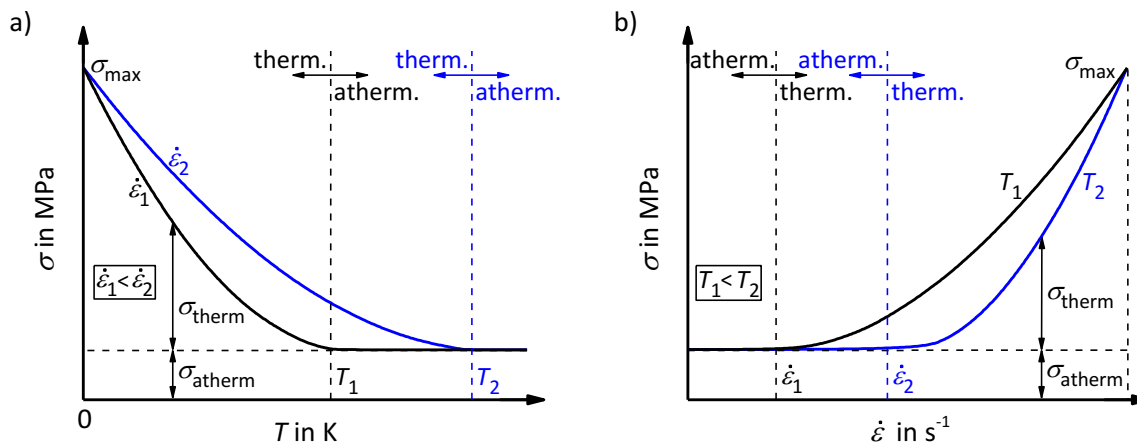


Abbildung 5.8: Schematische Darstellung der Abhängigkeit des thermischen Fließspannungsanteils von Dehnrates und Temperatur (nach [130], S. 32).

Die bisherigen Ausführungen zum Dehnrateseinfluss zeigen auf, dass die SRS neben der Temperatur auch maßgeblich von den mikrostrukturellen Gegebenheiten des Werkstoffes abhängen. Bei Bestimmung der scheinbaren SRS werden jedoch strenggenommen – insbesondere bei größeren Dehnungsbeträgen – Zustände mit unterschiedlichen Mikrostrukturzuständen herangezogen. Die scheinbare SRS wurde anhand von Spannungs-Dehnungs-Kurven berechnet, die mit konstanten Dehngeschwindigkeiten aufgenommen worden sind. Eine Dehnratesvariation erfolgte lediglich zwischen den Versuchen. Die durch die Deformation mit unterschiedlicher Geschwindigkeit bewirkten Mikrostrukturänderungen

(z. B. Erhöhung der Versetzungsdichte) werden nicht berücksichtigt. Aufgrund dieser Tatsache wurde zusätzlich die stationäre Dehnratenempfindlichkeit betrachtet, welche anhand von Dehnratenwechselversuchen bestimmt worden ist. Für alle untersuchten Werkstoffe wurden nur geringe Abweichungen zwischen scheinbarer und stationärer SRS festgestellt. Die werkstoff- und temperaturspezifischen Abhängigkeiten wurden durch die SRJT bestätigt.

Die größten Abweichungen zwischen scheinbarer und stationärer SRS treten stets bei hohen Temperaturen und großen Dehnungen auf. Wie in Kapitel 4 beschrieben, ergeben sich diese Unterschiede aus der Tatsache, dass sich an einen instantanen Wechsel der Dehnrates (SRJT) stets ein transienter Bereich anschließt, bei dem sich die Fließspannung allmählich dem Niveau der geringeren bzw. höheren Dehnrates annähert. Dieser transiente Übergang ist insbesondere bei einem Wechsel von einer langsamen auf eine schnellere Dehnrates sehr ausgeprägt. Um nach dem Wechsel auf die schnelle Dehnrates einen stationären Zustand zu erreichen, sind lange Zeiten und somit große Dehnungsintervalle erforderlich. Es ist durchaus denkbar, dass ein solcher stationärer Zustand nicht in jedem Fall erreicht worden ist, bevor ein erneuter Dehnrateswechsel auf die langsamere Rate stattfindet. Dieses Verhalten wurde für alle untersuchten Werkstoffe festgestellt und erschwert die Auswertung nach Abbildung 3.11 a erheblich. Bei einem Wechsel auf die langsamere Dehnrates erfolgt der transiente Übergang deutlich rascher.

Soare et al. [218] liefern einen Erklärungsansatz für dieses Verhalten, welches sie für verschiedene Al-Mg-Legierungen festgestellt haben. Nach ihrer Vorstellung wird der transiente Übergang beim Dehnrateswechsel durch die Diffusion gelöster Fremdatome zu Waldversetzungen bestimmt. Die Fremdatome lagern sich in der Umgebung der Waldversetzungen an und verankern diese in der vorliegenden Konfiguration. Beim Schneidvorgang durch eine mobile Versetzung kommt es zu einer Verlagerung der Versetzungslinien beider Versetzungen. Für die Bildung des Versetzungssprungs muss die Waldversetzung jedoch aus ihrer Position herausbewegt werden. Eine blockierte Waldversetzung stellt dabei ein größeres Hindernis dar. Bei Erhöhung der Dehnrates nimmt auch die Bildungsgeschwindigkeit neuer Waldversetzungen zu. Die Anlagerung von Fremdatomen an neu gebildeten Versetzungen erfolgt diffusionsgesteuert, benötigt daher Zeit und somit große Dehnungsintervalle. Das Erreichen eines stationären Zustandes verzögert sich, wodurch der transiente Übergang größere Dehnungsintervalle überstreicht.

Nach den Ergebnissen der in dieser Arbeit durchgeführten Versuche kann der vorgeschlagene Mechanismus nicht als alleiniger Grund betrachtet werden. Transiente Übergänge ergeben sich nicht nur bei Al-Mg-Legierungen, sondern auch für Al-Si-Legierungen, bei denen der festigkeitssteigernde Einfluss von Fremdatomen deutlich schwächer ausfällt. Selbst bei reinem Aluminium wurden transiente Spannungsübergänge nachgewiesen. Eine Anlagerung gelöster Atome kann in diesem Fall jedoch weitestgehend ausgeschlossen werden. Wodurch sich die Einstellung eines stationären Zustandes verzögert, kann somit nicht abschließend geklärt werden. Da insbesondere erhöhte Temperaturen betroffen sind, ist ein Einfluss von

Leerstellen denkbar. Sehr wahrscheinlich spielt auch die Ausbildung von Versetzungsstrukturen eine Rolle. Bei Verringerung der Dehnrates wird die Bildung neuer Versetzungen erheblich verlangsamt. Es steht außerdem ausreichend Zeit für eine Umordnung bereits vorliegender Versetzungen zur Verfügung. Die Mikrostruktur gleicht sich vermutlich durch ablaufende Erholungsprozesse relativ schnell jenem Zustand an, der sich auch bei Umformung mit konstant langsamer Dehnrates einstellt. Erfolgt hingegen ein Wechsel auf die schnelle Dehnrates, muss die Fließspannungserhöhung überwiegend aus der Generation neuer Versetzungen resultieren. Das Fließspannungsniveau der Umformung mit durchgehend hoher Dehngeschwindigkeit wird aufgrund der zuvor abgelaufenen Erholung nicht wieder oder erst nach hinreichend großem Dehnungsbetrag erreicht.

6 Zusammenfassung

Die computergestützte Simulation von Fertigungsprozessen gewinnt zunehmend an Bedeutung, da sich durch eine Vorhersage von Verarbeitungs- und Gebrauchseigenschaften zeit- und kostenintensive Experimente einsparen lassen. Prozesssimulationen ermöglichen zudem, Zusammenhänge zwischen Prozessparametern und dem resultierenden Werkstoffverhalten zu verstehen und können somit dabei helfen, neue Werkstoffvarianten zu entwickeln und bestehende Prozessschritte zu optimieren. Für genaue Simulationsvorhersagen bedarf es Werkstoffmodelle, welche Gefügestände und daraus resultierende mechanische Eigenschaften zu jedem Zeitpunkt des Prozesses abbilden können. Insbesondere das Festigkeits- und Fließverhalten des Werkstoffes muss in Abhängigkeit von Werkstoffzustand, Dehnrates und Temperatur möglichst genau beschrieben werden. Die Grundlage für physikalisch basierte Werkstoffmodelle sind umfassende experimentelle Daten, aus denen sich Rückschlüsse über mikrostrukturelle Einflüsse auf das mechanische Verhalten ziehen lassen. Die vorliegende Arbeit verfolgte den Ansatz, das Festigkeits- und Fließverhalten von Al-Mg-Si-Legierungen durch systematische, experimentelle Untersuchungen umfassend und grundlegend zu charakterisieren. Hierfür wurde eine Methodik entwickelt, mit der mechanische Werkstoffprüfungen an Werkstoffzuständen mit definierter Mikrostruktur vorgenommen werden können. Die Charakterisierung des Fließverhaltens erfolgte zudem über einen großen Temperatur- und Dehnratesbereich. Im Vordergrund stand dabei der Einfluss der Hauptlegierungselemente Mg und Si. Für eine separierte Betrachtung der Verfestigungswirkung wurden verschiedene binäre Legierungen und eine ternäre Legierung mit systematischer Variation der chemischen Zusammensetzung untersucht. Massenanteile anderer Elemente wurden auf wenige ppm begrenzt, um überlagerte Einflüsse auf die Eigenschaften durch weitere gelöste Fremdatome sowie intermetallische Phasen zu minimieren. Die Vielfalt an mikrostrukturellen Einflussgrößen und ihre gegenseitigen Wechselwirkungen werden somit durch die hohe Reinheit der Modelllegierungen begrenzt.

Die mechanischen Werkstoffprüfungen erfolgten überwiegend an unterkühlten Zuständen im Rahmen von thermomechanischen Analysen. Die Werkstoffe wurden dazu einer Lösungsglühung unterzogen und anschließend mit kontrollierter, linearer Rate auf die Verformungstemperatur abgekühlt. Die Umformung erfolgt nahezu verzögerungsfrei im direkten Anschluss an die entsprechende Wärmebehandlung. Für eine anschließende Beurteilung des Fließverhaltens der Legierungen, d. h. der ablaufenden Ver- und Entfestigungsvorgänge, ist die Kenntnis der Mikrostrukturentwicklung beim Abkühlen von fundamentaler Bedeutung. Im Rahmen der Arbeit wurde daher zunächst die Mikrostrukturentwicklung bei Durchführung relevanter Wärmebehandlungen analysiert. Die genaue Kenntnis der Mikrostrukturentwicklung wurde durch eine Kombination aus thermischen Analysen mittels DSC und umfangreichen Mikrostrukturuntersuchungen erzielt. Ein wesentliches Ergebnis stellt die Bestimmung der legierungsspezifischen, kritischen Abkühlgeschwindigkeit für alle

untersuchten Werkstoffe dar. Durch die Anwendung überkritischer Abkühlungen mit anschließender mechanischer Prüfung kann das Fließverhalten von MK-Zuständen mit bekannter, übersättigt gelöster Fremdatomkonzentration charakterisiert werden, wodurch die legierungselementspezifische MK-Verfestigung quantifiziert werden kann. Es konnte gezeigt werden, dass gelöste Mg-Atome sowohl bei tiefen als auch bei hohen Verformungstemperaturen einen größeren Festigkeitsbeitrag liefern als Si-Atome. Die beiden Hauptlegierungselemente führen außerdem zu einem sehr unterschiedlichen Verfestigungsverhalten während der plastischen Verformung. Zwar behindern beide Arten von Fremdatomen die dynamische Erholung von Versetzungen und steigern dadurch die Verformungsverfestigung. Al-Mg-Legierungen weisen jedoch grundsätzlich höhere anfängliche Verfestigungsraten auf als Al-Si-Legierungen. Durch Untersuchungen an der ternären Al-Mg-Si-Legierung wurde festgestellt, dass sich die Fließgrenze durch eine additive Überlagerung der Einflüsse von Mg und Si ergibt. Ein solcher additiver Zusammenhang der Fließspannung zur gelösten Fremdatomkonzentration ($Mg + Si$) kann im Bereich plastischer Verformung jedoch nicht mehr festgestellt werden.

Bei unterkritischer Abkühlung nach dem Lösungsglühen treten legierungsabhängig Phasenumwandlungen auf, die ebenfalls durch DSC-Analysen bestimmt worden sind. Dadurch kann die Enthalpieentwicklung während des Abkühlens kühlraten- und temperaturabhängig nachvollzogen werden. Ausgeschiedene Phasen wurden durch Mikrostrukturuntersuchungen charakterisiert. Während es beim langsamen Abkühlen der untersuchten Al-Mg-Legierungen zu keiner nennenswerten Entmischung des α -MK kommt, können in Al-Si-Legierungen zwei Hauptreaktionen in unterschiedlichen Temperaturbereichen ablaufen. Dabei kommt es stets zur Ausscheidung von reinem Si mit kd-Kristallstruktur. Die Morphologie ausgeschiedener Si-Teilchen variiert jedoch und hängt von der Temperatur ab, bei der die Ausscheidung erfolgte. Das Ausscheidungsverhalten ist insgesamt stark von den Abkühlbedingungen abhängig. Dies gilt auch für die untersuchte Al-Mg-Si-Legierung. Verschiedene Partikel können sich bei Abkühlung der ternären Legierung bilden. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass die Gleichgewichtsphase β - Mg_2Si und reines Si in einem Hochtemperatur-Reaktionsbereich ausgeschieden werden. Bei tieferen Temperaturen kommt es zur Bildung von Vorstufenphasen des Legierungssystems (z. B. β' - $Mg_{1,8}Si$, $U1-MgAl_2Si_2$). Die Bildung der Vorstufenphasen scheint dabei maßgeblich durch die vorliegende heterogene Keimstellendichte (z. B. Versetzungen, Dispersoide) bestimmt zu werden. Im Vergleich zu technischen Al-Mg-Si-Legierungen mit vergleichbarem Gehalt an Hauptlegierungselementen wiesen die Reaktionen bei tiefen Temperaturen deutlich geringere Intensität auf. Dies ist durch die hohe Reinheit der untersuchten Modelllegierung und der daraus resultierenden geringen Anzahl an Keimstellen zu erklären.

Kenntnisse über das Phasenumwandlungsverhalten wurden genutzt, um mittels sorgsam durchgeführter Wärmebehandlungen gezielt Einfluss auf die Mikrostruktur der Al-Si-Legierungen zu nehmen. Hierdurch war es möglich, neben vollständig übersättigten

MK-Zuständen auch gezielte Variationen der gelösten Fremdatomkonzentration einzustellen und mechanisch zu prüfen. Diese Möglichkeit wurde eingesetzt, um den Einfluss gelöster Fremdatome (MK-Verfestigung) einerseits und den Festigkeitsbeitrag ausgeschiedener Partikel (Teilchenverfestigung) andererseits entkoppelt voneinander zu betrachten. Für die Bestimmung geeigneter Wärmebehandlungsparameter erfolgte zunächst eine Modellierung der Ausscheidungskinetik auf Basis experimentell bestimmter Enthalpieänderungen. Durch die Modellierung ist es gelungen, die Mikrostrukturentwicklung während des Abkühlprozesses analytisch zu beschreiben, sodass sowohl der Lösungsgehalt des α -MK als auch der Volumenanteil ausgeschiedener Phasen kühlraten- und temperaturabhängig berechnet werden kann. Die Modellierung wurde mit verschiedenen experimentellen Verfahren (quantitative Gefügeanalysen, Atomsondentomografie, elektrische Widerstandsmessungen) validiert. Die mechanische Prüfung vergleichbarer Werkstoffzustände hat nachgewiesen, dass grobe Si-Teilchen (einige μm) keinen direkten Festigkeitsbeitrag liefern, bei RT jedoch die Verfestigungsrate während der plastischen Verformung beeinflussen können. Ausgeschiedene Partikel können somit die Bildung neuer Versetzungen sowie den Aufbau räumlicher Zellstrukturen beeinflussen. Die Einflüsse der Teilchen auf Verfestigungsvorgänge oder dynamische Erholung müssen bei den mikrostrukturellen Gegebenheiten in physikalisch basierten Werkstoffmodellen Berücksichtigung finden.

Abschließend kann festgehalten werden, dass die durchgeführten Arbeiten einen erheblichen Erkenntnisfortschritt über den Zusammenhang von Mikrostruktur und mechanischem Verhalten von Al-Mg-Si-Knetlegierungen liefern. Die umfassenden experimentellen Ergebnisse können gleichzeitig als Eingangs- und Validierungsdaten für eine physikalisch basierte Fließkurvenmodellierung genutzt werden. Die Einsatzfähigkeit der erarbeiteten Methodik zur Charakterisierung des Fließverhaltens durch Werkstoffprüfungen an Zuständen mit definierter Mikrostruktur – insbesondere an unterkühlten Zuständen – wurde nachgewiesen. Die experimentelle Vorgehensweise lässt sich dabei unter Berücksichtigung werkstoffspezifischer Rahmenbedingungen auch auf andere Legierungen und Legierungssysteme übertragen.

Literaturverzeichnis

- [1] W. Bergmann: Werkstofftechnik, 6th ed., Carl Hanser Verlag, München, 2008.
- [2] W.D. Callister, D.G. Rethwisch: Materialwissenschaften und Werkstofftechnik, Wiley-VCH, Weinheim, 2013.
- [3] H. Worch, W. Pompe, W. Schatt: Werkstoffwissenschaft, 10th ed., Wiley-VCH, Weinheim, 2011.
- [4] D.A. Porter, K.E. Easterling: Phase transformations in metals and alloys, 2nd ed., Chapman & Hall, London, 1992.
- [5] J.E. Hatch (Ed.): Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984.
- [6] C. Kammer: Aluminium-Taschenbuch, 2nd ed., Alu Media GmbH, Düsseldorf, 2011.
- [7] F. Ostermann: Anwendungstechnologie Aluminium (VDI-Buch), 3rd ed., Springer Vieweg, Berlin, 2014.
- [8] M. Hansen, K. Anderko: Constitution of binary alloys (Metallurgy and metallurgical engineering series), 2nd ed., McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1958.
- [9] L.F. Mondolfo: Aluminum alloys, Butterworths, London, 1976.
- [10] J.L. Murray: The Al-Mg (Aluminum-Magnesium) system, Bull Alloy Phase Diagr 3 (1982) 60-74.
- [11] H. Okamoto: Al-Mg (Aluminum-Magnesium), JPE 19 (1998) 598.
- [12] DIN 1310:1984-02: Zusammensetzung von Mischphasen (Gasgemische, Lösungen, Mischkristalle); Begriffe, Formelzeichen, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag, Berlin.
- [13] R. Nozato, S. Ishihara: Calorimetric study of precipitation process in Al-Mg alloys, Trans Jpn Inst Met 21 (1980) 580-588.
- [14] K. Osamura, T. Ogura: Metastable phases in the early stage of precipitation in Al-Mg alloys, Metall Trans A 15 A (1984) 835-842.
- [15] M. van Rooyen, J.A. Sinte Maartensdijk, E.J. Mittemeijer: Precipitation of Guinier-Preston zones in aluminum-magnesium; A calorimetric analysis of liquid-quenched and solid-quenched alloys, Metall Trans A 19 A (1988) 2433-2443.
- [16] S. Nebti, D. Hamana, G. Cizeron: Calorimetric study of pre-precipitation and precipitation in Al-Mg alloy, Acta Metall Mater 43 (1995) 3583-3588.
- [17] Y. Nakayama, T. Takaai, D. Jin: Precipitation behaviors of β -phase and changes in mechanical properties of Al-Mg system alloys, Mater Sci Forum 217-222 (1996) 1269-1274.
- [18] M. Boucheur, D. Hamana, T. Laoui: GP zones and precipitate morphology in aged Al-Mg alloys, Philos Mag A 73 (1996) 1733-1740.
- [19] M.J. Starink, A.-M. Zahra: Low-temperature decomposition of Al-Mg alloys: Guinier-Preston zones and L_{12} ordered precipitates, Philos Mag A 76 (1997) 701-714.

- [20] M.J. Starink, A.-M. Zahra: β' and β precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM, *Acta Mater* 46 (1998) 3381-3397.
- [21] M.J. Starink, A.-M. Zahra: The kinetics of isothermal β' precipitation in Al-Mg alloys, *J Mater Sci* 34 (1999) 1117-1127.
- [22] N. Luiggi, M. Betancourt: On the non-isothermal precipitation of the β' and β phases in Al-12.6 mass% Mg alloys using dilatometric techniques, *J Therm Anal Calor* 74 (2003) 883-894.
- [23] M. Bournane, M. Nedjar, A.F. Sirenko: Precipitation in solid solutions of Al-Mg, *Scr Mater* 40 (1999) 375-382.
- [24] M. Kubota: Characterisation of precipitate microstructures of natural and artificial ageing in Al-Mg(-Ag) alloys, *Mater Trans* 46 (2005) 241-250.
- [25] R. Goswami, R.L. Holtz: Transmission electron microscopic investigations of grain boundary beta phase precipitation in Al 5083 aged at 373 K (100 °C), *Metall Mater Trans A* 44 (2013) 1279-1289.
- [26] D. Kuhlmann-Wilsdorf: The connection between recovery and glide type in aluminum and Al-Mg, *Mater Sci Forum* 331-337 (2000) 689-702.
- [27] C. Wolverton: Solute-vacancy binding in aluminum, *Acta Mater* 55 (2007) 5867-5872.
- [28] C.R. Hutchinson, B.M. Gable, N. Ciccosillo, P.T. Loo, T.J. Bastow, A.J. Hill: An experimental determination of solute-vacancy binding energies in high purity dilute Al-X alloys, in: J. Hirsch, B. Skrotzki, G. Gottstein (Eds.), *Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties (Volume 1)*, Wiley-VCH, Weinheim, 2008, 788-794.
- [29] C. Panseri, F. Gatto, T. Federighi: Interaction between solute magnesium atoms and vacancies in aluminium, *Acta Metall* 6 (1958) 198-204.
- [30] E. Hornbogen, A.K. Mukhopadhyay, E.A. Starke Jr.: Precipitation hardening of Al-(Si, Ge) alloys, *Scr Metall Mater* 27 (1992) 733-738.
- [31] J.L. Murray, A.J. McAlister: The Al-Si (Aluminum-Silicon) system, *Bull Alloy Phase Diagr* 5 (1984) 74-84.
- [32] K.S. Lee: Direct observations of Al-Si junction interface, *Korean J Electron Microsc* 8 (1978) 77-79.
- [33] H.S. Rosenbaum, D. Turnbull: Metallographic investigation of precipitation of silicon from aluminum, *Acta Metall* 7 (1959) 664-674.
- [34] E.H. Dix, A.C. Heath: Equilibrium relations in Aluminum-Silicon and Aluminum-Iron-Silicon alloys of high purity, *Trans AIME* 78 (1928) 164-194.
- [35] K. Nakagawa, T. Kanadani, L. Anthony, H. Hashimoto: Microstructural changes at the initial stage of precipitation in an aluminum-silicon alloy, *Mater Trans* 46 (2005) 779-783.
- [36] H.S. Rosenbaum, D. Turnbull: On the precipitation of silicon out of a supersaturated aluminum-silicon solid solution, *Acta Metall* 6 (1958) 653-659.
- [37] H.S. Rosenbaum, D. Turnbull, E.T. Alessandrini: On the orientation of silicon precipitating from an Al-rich solid solution, *Acta Metall* 7 (1959) 678-679.

- [38] E. Hornbogen, A.K. Mukhopadhyay, E.A. Starke Jr.: Nucleation of the diamond phase in aluminium-solid solutions, *J Mater Sci* 28 (1993) 3670-3674.
- [39] E. Ozawa, H. Kimura: Excess vacancies and the nucleation of precipitates in aluminum-silicon alloys, *Acta Metall* 18 (1970) 995-1004.
- [40] E. Ozawa, H. Kimura: Behavior of excess vacancies during the nucleation of precipitates in aluminum-silicon alloys, *Mater Sci Eng* 8 (1971) 327-335.
- [41] J. Demny: Gitterfehler und ihre Beobachtung: II. Bewegungen von Versetzungen, Stapelfehler, Leerstellenkondensation, *Phys Bl* 18 (1962) 61-71.
- [42] K.A. Hofmann: *Anorganische Chemie*, 21st ed., Vieweg, Braunschweig, 1978.
- [43] F. Lasagni, M. Dumont, C. Salamida, J.A. Acuña, H.P. Degischer: Dilatometry revealing Si precipitation in Al-Si-alloys, *Int J Mater Res* 100 (2009) 1005-1013.
- [44] A. Saulnier: Etude du revenu de l'alliage Al-Si 1,2%, *Mém Sci Rev Métall* 58 (1961) 615-625.
- [45] P. van Mourik, T.H. de Keijser, E.J. Mittemeijer: Kinetics of precipitation and of relaxation of precipitation-induced stresses in aluminium-silicon alloys, *Scr Metall* 21 (1987) 381-385.
- [46] D. Segers, P. van Mourik, van Wijngaarden, M. H., B.M. Rao: Precipitation of silicon in a solid quenched aluminium-silicon (1.3 at%) alloy studied by positron annihilation, *phys stat sol (a)* 81 (1984) 209-216.
- [47] I.J. Polmear: *Light alloys*, 4th ed., Butterworth-Heinemann, Oxford, 2006.
- [48] H. Böhm: Effect of precipitation on the mechanical properties of a hardened Al-Si alloy, *Acta Metall* 11 (1963) 475-484.
- [49] H. Suzuki, M. Kanno, G. Itoh, K. Itoi: Precipitation of silicon phase in Al-Si alloys, *J Japan Inst Metals* 46 (1982) 78-84.
- [50] M.J. Starink, A.-M. Zahra: Kinetics of isothermal and non-isothermal precipitation in an Al - 6 at.% Si alloy, *Philos Mag A* 77 (1998) 187-199.
- [51] E. Hornbogen, A.K. Mukhopadhyay, E.A. Starke Jr.: Exploratory study of hardening in Al-(Si, Ge) alloys, *Z Metallk* 83 (1992) 577-584.
- [52] C.D. Marioara, S.J. Andersen, A. Birkeland, R. Holmestad: Orientation of silicon particles in a binary Al-Si alloy, *J Mater Sci* 43 (2008) 4962-4971.
- [53] V.Y. Zenou, A. Kiv, D. Fuks, V. Ezerski, N. Moiseenko: The microscopic mechanism of silicon precipitation in Al/Si system, *Mater Sci Eng A* 435-436 (2006) 556-563.
- [54] M. van Rooyen, E.J. Mittemeijer: Precipitation of silicon in aluminum-silicon: a calorimetric analysis of liquid-quenched and solid-quenched alloys, *Metall Trans A* 20A (1989) 1207-1214.
- [55] M.J. Starink: Heating rate dependence of precipitation in an Al-1%Si alloy, *J Mater Sci Lett* 15 (1996) 1749-1751.
- [56] M.J. Starink, A.-M. Zahra: Precipitation in a high silicon Al-Si alloy studied by isothermal calorimetry, *Mater Sci Eng A* 241 (1998) 277-280.

- [57] F. Lasagni, H.R. Mohammadian, A. Falahati, H.P. Degischer, B. Mingler: Volume change of Si-containing Al-alloys during ageing, in: International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering (Ed.), Proceedings of the 15th IFHTSE, Vienna, 2006, 149-154.
- [58] F. Lasagni, H.P. Degischer, M. Papakyriacou: Morphological changes of Si in Al-Si alloys and a short fibre composite, *Kovove Mater* 44 (2006) 65-73.
- [59] F. Lasagni, B. Mingler, M. Dumont, H.P. Degischer: Precipitation kinetics of Si in aluminium alloys, *Mater Sci Eng A* 480 (2008) 383-391.
- [60] L. Hälldahl: Thermal analysis studies of the precipitation and dissolution processes of second phases in the Al-Si and Al-Si-Mg systems, *Thermochim Acta* 214 (1993) 33-40.
- [61] M.N. Amado, F. Daroqui: Revision of the solvus limit of Al-Mg₂Si pseudo binary phase diagram, *Proc Mater Sci* 8 (2015) 1079-1088.
- [62] S.J. Andersen, C.D. Marioara, R. Vissers, A. Frøseth, H.W. Zandbergen: The structural relation between precipitates in Al-Mg-Si alloys, the Al-matrix and diamond silicon, with emphasis on the trigonal phase U1-MgAl₂Si₂, *Mater Sci Eng A* 444 (2007) 157-169.
- [63] S.J. Andersen, C.D. Marioara, A. Frøseth, R. Vissers, H.W. Zandbergen: Crystal structure of the orthorhombic U2-Al₄Mg₄Si₄ precipitate in the Al-Mg-Si alloy system and its relation to the β' and β'' phases, *Mater Sci Eng A* 390 (2005) 127-138.
- [64] C.D. Marioara, S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, R. Holmestad: The influence of alloy composition on precipitates of the Al-Mg-Si system, *Metall Mater Trans A* 36 (2005) 691-702.
- [65] C.S.T. Chang, J. Banhart: Low-temperature differential scanning calorimetry of an Al-Mg-Si Alloy, *Metall Mater Trans A* 42 (2011) 1960-1964.
- [66] B. Milkereit, N. Wanderka, C. Schick, O.H. Keßler: Continuous cooling precipitation diagrams of Al-Mg-Si alloys, *Mater Sci Eng A* 550 (2012) 87-96.
- [67] E.J. Mittemeijer: Fundamentals of materials science, Springer-Verlag, Berlin, 2010.
- [68] A.N. Kolmogorov: Statistical theory of crystallization of metals, *Izv Akad Nauk SSSR Ser Mat* 1 (1937) 355-359.
- [69] W.A. Johnson, R.F. Mehl: Reaction kinetics in processes of nucleation and growth, *Trans Am Inst Min Metall Eng* 135 (1939) 416-442.
- [70] M. Avrami: Kinetics of phase change. I General theory, *J Chem Phys* 7 (1939) 1103-1112.
- [71] M. Avrami: Kinetics of phase change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei, *J Chem Phys* 8 (1940) 212-224.
- [72] M. Avrami: Kinetics of phase change. III Granulation, phase change, and microstructure, *J Chem Phys* 9 (1941) 177-184.
- [73] F.L. Cumbreira, F. Sánchez-Bajo: The use of the JMAK kinetic equation for the analysis of solid-state reactions: critical considerations and recent interpretations, *Thermochim Acta* 266 (1995) 315-330.
- [74] M.J. Starink: On the meaning of the impingement parameter in kinetic equations for nucleation and growth reactions, *J Mater Sci* 36 (2001) 4433-4441.

- [75] M.J. Starink: Kinetic equations for diffusion-controlled precipitation reactions, *J Mater Sci* 32 (1997) 4061-4070.
- [76] J.W. Christian: *The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Part 1: Equilibrium and General Kinetic Theory*, 2nd ed., Pergamon Press, Oxford, 1975.
- [77] M. Tomellini: Impact of soft impingement on the kinetics of diffusion-controlled growth of immiscible alloys, *Comput Mater Sci* 50 (2011) 2371-2379.
- [78] J.B. Austin, R.L. Rickett: Kinetics of the decomposition of austenite at constant temperature, *Trans AIME* 135 (1939) 396-415.
- [79] M.J. Starink, A.-M. Zahra: An analysis method for nucleation and growth controlled reactions at constant heating rate, *Thermochim Acta* 292 (1997) 159-168.
- [80] M.J. Starink, C.Y. Zahra, A.-M. Zahra: Analysis of precipitation in Al-based alloys using a novel model for nucleation and growth reactions, *J Therm Anal Calor* 51 (1998) 933-942.
- [81] M.J. Starink: A new model for diffusion-controlled precipitation reactions using the extended volume concept, *Thermochim Acta* 596 (2014) 109-119.
- [82] J.T. Staley: Quench factor analysis of aluminium alloys, *Mater Sci Tech* 3 (1987) 923-935.
- [83] P.A. Rometsch, M.J. Starink, P.J. Gregson: Improvements in quench factor modelling, *Mater Sci Eng A* 339 (2003) 255-264.
- [84] J.W. Christian: Phase transformations, in: R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical Metallurgy*, North-Holland, Amsterdam, 1965, 443-539.
- [85] G. Gottstein: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik (Springer-Lehrbuch)*, 4th ed., Springer-Verlag, Berlin, 2014.
- [86] J. Chakrabarty: *Theory of Plasticity*, 3rd ed., Elsevier Science & Technology Books, San Diego, 2006.
- [87] D. Altenpohl: Aluminium und Aluminiumlegierungen, in: W. Köster (Ed.), *Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellungen*, Springer-Verlag, Berlin, 1965.
- [88] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 3rd ed., Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2008.
- [89] H.J. Seemann, F. Stavenow: Röntgenographische Untersuchungen über das Auftreten von Stapelfehlern in verschiedenen Aluminiumlegierungen, *Z Metallk* 52 (1961) 667-670.
- [90] L. Deléhouzée, A. Deruyttere: The stacking fault density in solid solutions based on copper, silver, nickel, aluminium and lead, *Acta Metall* 15 (1967) 727-734.
- [91] A.H. Cottrell: *Dislocations and plastic flow in crystals (The International series of monographs on physics)*, Clarendon Press, Oxford, 1965.
- [92] E. Hornbogen, H. Warlimont: *Metalle*, 5th ed., Springer-Verlag, Berlin, 2006.
- [93] E. Kovács-Csetényi, M. Horváth, N.Q. Chinh, I. Kovács: Effect of grain size on tensile stress and ductility in Al99.99, *phys stat sol (a)* 166 (1998) 805-810.
- [94] N. Hansen: The effect of grain size and strain on the tensile flow stress of aluminium at room temperature, *Acta Metall* 25 (1977) 863-869.

- [95] J.W. Wyrzykowski, M.W. Grabski: The Hall-Petch relation in aluminium and its dependence on the grain boundary structure, *Philos Mag A* 53 (1986) 505-520.
- [96] R.L. Fleischer: Substitutional solution hardening, *Acta Metall* 11 (1963) 203-209.
- [97] R.L. Fleischer, W.R. Hibbard, in: National Physical Laboratory (Ed.), *The Relation Between the Structure and Mechanical Properties of Metals: Proceedings of the Conference Held at the National Physical Laboratory, Her Majesty's Stationary Office, London, 1963*, 261-294.
- [98] R. Labusch: A statistical theory of solid solution hardening, *phys stat sol (b)* 41 (1970) 659-669.
- [99] R. Labusch: Statistical theories of solid solution hardening, *Acta Metall* 20 (1972) 917-927.
- [100] P. Haasen: Mechanical properties of solid solutions, in: R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical Metallurgy: Vol. III, 4th ed.*, North-Holland, Amsterdam, 1996, 2009-2073.
- [101] B. Rønning, K. Nord-Varhaug, T. Furu, E. Nes: Effect of chemical composition and microstructure on the flow stress during hot deformation of aluminum alloys, *Mater Sci Forum* 331-337 (2000) 571-576.
- [102] Q. Zhao, B. Holmedal: The effect of silicon on the strengthening and work hardening of aluminum at room temperature, *Mater Sci Eng A* 563 (2013) 147-151.
- [103] R. Akeret: Deformation of aluminum and aluminum alloys at different temperatures, *Z Metallk* 61 (1970) 3-10.
- [104] J. Zander, R. Sandström, L. Vitos: Modelling mechanical properties for non-hardenable aluminium alloys, *Comput Mater Sci* 41 (2007) 86-95.
- [105] Leyson, G. P. M., Hector Jr. L. G., W.A. Curtin: Solute strengthening from first principles and application to aluminum alloys, *Acta Mater* 60 (2012) 3873-3884.
- [106] H.P. Falkenstein, W. Gruhl, G. Scharf: Beitrag zum Umformverhalten von Aluminiumblechwerkstoffen, *Metall* 37 (1983) 1197-1202.
- [107] T. Mukai, K. Higashi, S. Tanimura: Influence of the magnesium concentration on the relationship between fracture mechanism and strain rate in high purity Al-Mg alloys, *Mater Sci Eng A* 176 (1994) 181-189.
- [108] Ø. Ryen, O. Nijs, E. Sjölander, B. Holmedal, H.-E. Ekström, E. Nes: Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys, *Metall Mater Trans A* 37 (2006) 1999-2006.
- [109] M. Jobba, R.K. Mishra, M. Niewczas: Flow stress and work-hardening behaviour of Al-Mg binary alloys, *Int J Plast* 65 (2015) 43-60.
- [110] M. Yanagawa, S. Ohie, S. Koga, M. Hino: Controlling factors of ductility in Al-Mg alloys, *Kobelco Technol Rev* 16 (1993) 25-30.
- [111] J. Hirsch: Aluminium Alloys for Automotive Application, *Mater Sci Forum* 242 (1997) 33-50.

- [112] D.J. Lloyd, S.A. Court: Influence of grain size on tensile properties of Al-Mg alloys, *Mater Sci Tech* 19 (2003) 1349-1354.
- [113] W. Wen, Y. Zhao, J.G. Morris: The effect of Mg precipitation on the mechanical properties of 5xxx aluminum alloys, *Mater Sci Eng A* 392 (2005) 136-144.
- [114] M.F. Ashby: Deformation of plastically non-homogeneous materials, *Philos Mag* 21 (1970) 399-424.
- [115] H.-J. Maier, T. Niendorf, R. Bürgel: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, 5th ed., Springer Vieweg, Berlin, 2015.
- [116] E. Macherauch, H.W. Zoch: *Praktikum in Werkstoffkunde*, 11th ed., Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2011.
- [117] E. Macherauch, O. Vöbringer: Das Verhalten metallischer Werkstoffe unter mechanischer Beanspruchung, *Z Werkstofftech* 9 (1978) 370-391.
- [118] P. Haasen: Solution hardening in f.c.c. metals, in: F.R.N. Nabarro (Ed.), *Dislocations in metallurgy*, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1979, 155-189.
- [119] M. Wagenhofer, M. Erickson-Natishan, R.W. Armstrong, F.J. Zerilli: Influences of strain rate and grain size on yield and serrated flow in commercial Al-Mg alloy 5086, *Scr Mater* 41 (1999) 1177-1184.
- [120] M. Abbadi, P. Hähner, A. Zeghloul: On the characteristics of Portevin-Le Chatelier bands in aluminum alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing, *Mater Sci Eng A* 337 (2002) 194-201.
- [121] W. Wen, J.G. Morris: An investigation of serrated yielding in 5000 series aluminum alloys, *Mater Sci Eng A* 354 (2003) 279-285.
- [122] R.C. Picu, G.T. Vincze, F. Ozturk, J.J. Gracio, F. Barlat, A.M. Maniatty: Strain rate sensitivity of the commercial aluminum alloy AA5182-O, *Mater Sci Eng A* 390 (2005) 334-343.
- [123] R.C. Picu, G.T. Vincze, J.J. Gracio, F. Barlat: Effect of solute distribution on the strain rate sensitivity of solid solutions, *Scr Mater* 54 (2006) 71-75.
- [124] M. Mazière, H. Dierke: Investigations on the Portevin-Le Chatelier critical strain in an aluminum alloy, *Comput Mater Sci* 52 (2012) 68-72.
- [125] M. Niinomi, T. Kobayashi, K. Ikeda: Portevin-Le Chatelier effect in Al-Si binary alloys, *J Mater Sci Lett* 5 (1986) 847-848.
- [126] G. Rajaram, S. Kumaran, S. Suwas: Effect of strain rate on tensile and compression behaviour of Al-Si/graphite composite, *Mater Sci Eng A* 528 (2011) 6271-6278.
- [127] P.G. McCormick: The Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg-Si alloy, *Acta Metall* 19 (1971) 463-471.
- [128] D.M. Riley, P.G. McCormick: The effect of precipitation hardening on the Portevin-Le Chatelier effect in an Al-Mg-Si alloy, *Acta Metall* 25 (1977) 181-185.
- [129] F.U. Enikeev: Strain-rate sensitivity index m : Definition, determination, narrowness, *Mater Sci Forum* 243-245 (1997) 77-82.

- [130] P. Larour: Strain rate sensitivity of automotive sheet steels: influence of plastic strain, strain rate, temperature, microstructure, bake hardening and pre-strain (Berichte aus dem Institut für Eisenhüttenkunde (IEHK) 1), Shaker Verlag, Aachen, 2010.
- [131] L.D. Oosterkamp, A. Ivankovic, G. Venizelos: High strain rate properties of selected aluminium alloys, *Mater Sci Eng A* 278 (2000) 225-235.
- [132] R.C. Picu: A mechanism for the negative strain-rate sensitivity of dilute solid solutions, *Acta Mater* 52 (2004) 3447-3458.
- [133] E.L. Huskins, B. Cao, K.T. Ramesh: Strengthening mechanisms in an Al-Mg alloy, *Mater Sci Eng A* 527 (2010) 1292-1298.
- [134] E. Romhanji, M. Dudukovska, D. Glišić: The effect of temperature on strain-rate sensitivity in high strength Al-Mg alloy sheet, *J Mater Process Tech* 125-126 (2002) 193-198.
- [135] Y. Chen, A.H. Clausen, O.S. Hopperstad, M. Langseth: Stress-strain behaviour of aluminium alloys at a wide range of strain rates, *Int J Solids Struct* 46 (2009) 3825-3835.
- [136] R.C. Picu, F. Ozturk, E. Esener, R. Li: Aluminum alloys with identical plastic flow and different strain rate sensitivity, *Metall Mater Trans A* 41 (2010) 3358-3364.
- [137] H. Zhong, P.A. Rometsch, Y. Estrin: The influence of Si and Mg content on the microstructure, tensile ductility, and stretch formability of 6xxx alloys, *Metall Mater Trans A* 44 (2013) 3970-3983.
- [138] V. Vilamosa, A.H. Clausen, T. Børvik, S.R. Skjervold, O.S. Hopperstad: Behaviour of Al-Mg-Si alloys at a wide range of temperatures and strain rates, *Int J Impact Eng* 86 (2015) 223-239.
- [139] W.J. Poole, J.D. Embury, D.J. Lloyd: Work hardening in aluminium alloys, in: R. Lumley (Ed.), *Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications*, Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, UK, 2011, 307-344.
- [140] U.F. Kocks, H. Mecking: Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, *Prog Mater Sci* 48 (2003) 171-273.
- [141] J. Kokkonen, V.-T. Kuokkala, M. Isakov: Dynamic behavior of UFG aluminum at a wide range of strain rates and temperatures in compression and tension, in: *DYMAT 2009 - 9th International Conferences on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading - Vol. 1*, Brussels, Belgium, 2009, 647-653.
- [142] R.A. Vasin, F.U. Enikeev, M.I. Mazurski: Method to determine the strain-rate sensitivity of a superplastic material from the initial slopes of its stress-strain curves, *J Mater Sci* 33 (1998) 1099-1103.
- [143] J. Hirsch: *Virtual fabrication of aluminium alloys*, Wiley-VCH, Weinheim, 2006.
- [144] J. Lohmar, M. Bambach, K.F. Karhausen: Influence of microstructure representation on flow stress and grain size prediction in through-process modeling of AA5182 sheet production, *JOM* 65 (2013) 93-98.

- [145] B. Mülders: Modellierung der Verfestigung technischer Aluminiumlegierungen, Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule (RWTH) Aachen, Aachen, 2001.
- [146] P. Ludwik: Über den Einfluss der Deformationsgeschwindigkeit bei bleibenden Deformationen mit besonderer Berücksichtigung der Nachwirkungserscheinungen, *Physikalische Zeitschrift* 10 (1909) 411-417.
- [147] J.E. Hockett, O.D. Sherby: Large strain deformation of polycrystalline metals at low homologous temperatures, *J Mech Phys Solids* 23 (1975) 87-98.
- [148] E. Voce: The relationship between stress and strain for homogeneous deformations, *J Inst Metals* 74 (1948) 537-562.
- [149] E. Voce: A practical strain-hardening function, *Metallurgica* 51 (1955) 219-226.
- [150] E. Nes: Modelling of work hardening and stress saturation in FCC metals, *Prog Mater Sci* 41 (1998) 129-193.
- [151] F. Roters, D. Raabe, G. Gottstein: Work hardening in heterogeneous alloys - a microstructural approach based on three internal state variables, *Acta Mater* 48 (2000) 4181-4189.
- [152] H. Aretz, R. Luce, M. Wolske, R. Kopp, M. Goerdeler, V. Marx et al.: Integration of physically based models into FEM and application in simulation of metal forming processes, *Modell Simul Mater Sci Eng* 8 (2000) 881-891.
- [153] R. Luce, M. Wolske, R. Kopp, F. Roters, G. Gottstein: Application of a dislocation model for FE-process simulation, *Comput Mater Sci* 21 (2001) 1-8.
- [154] C. Schick: Calorimetry, in: *Polymer Science: A Comprehensive Reference*, Elsevier, 2012, 793-823.
- [155] W. Hemminger, H.K. Cammenga: *Methoden der thermischen Analyse*, Springer-Verlag, Berlin, 1989.
- [156] G. Höhne, W. Hemminger, H.-J. Flammersheim: *Differential Scanning Calorimetry*, 2nd ed., Springer-Verlag, Berlin, 2003.
- [157] S.M. Sarge, G. Höhne, W. Hemminger: *Calorimetry*, Wiley-VCH, Weinheim, 2014.
- [158] M.J. Starink: Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics, *Int Mater Rev* 49 (2004) 191-226.
- [159] B. Milkereit, O.H. Keßler, C. Schick: Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys, *Thermochim Acta* 492 (2009) 73-78.
- [160] B. Milkereit: *Kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme von Al-Mg-Si-Legierungen* (Forschungsberichte des Lehrstuhls für Werkstofftechnik der Universität Rostock 1), Shaker Verlag, Aachen, 2011.
- [161] D. Zohrabyan, B. Milkereit, O.H. Keßler, C. Schick: Precipitation enthalpy during cooling of aluminum alloys obtained from calorimetric reheating experiments, *Thermochim Acta* 529 (2012) 51-58.
- [162] SETARAM Instrumentation: C600 Commissioning (A/C600-1A), Caluire, Frankreich, 2009.

- [163] C. Schick, V. Mathot (Eds.): Fast scanning calorimetry, Springer International Publishing, Cham, 2016.
- [164] H. Oettel, H. Schumann: Metallografie, 14th ed., Wiley-VCH, Weinheim, 2005.
- [165] E. Hornbogen, B. Skrotzki: Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe, 3rd ed., Springer-Verlag, Berlin, 2009.
- [166] H. Alexander: Physikalische Grundlagen der Elektronenmikroskopie (Teubner Studienbücher Angewandte Physik), Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 1997.
- [167] J. Thomas, T. Gemming: Analytische Transmissionselektronenmikroskopie, Springer-Verlag, Wien, 2013.
- [168] H. Biermann, L. Krüger (Eds.): Moderne Methoden der Werkstoffprüfung, Wiley-VCH, Weinheim, 2015.
- [169] R.P. Wei: Fracture mechanics, Cambridge University Press, Cambridge, 2010.
- [170] E. Weck, E. Leistner: Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren Teil III: Nichteisenmetalle, Hartmetalle und Eisenwerkstoffe, Nickel-Basis- und Kobalt-Basis-Legierungen (Fachbuchreihe Schweißtechnik 77/3), Deutscher Verlag für Schweißtechnik, Düsseldorf, 1986.
- [171] B. Heine: Werkstoffprüfung, 2nd ed., Carl Hanser Verlag, München, 2011.
- [172] T.F. Kelly, D.J. Larson: Atom Probe Tomography 2012, Annu Rev Mater Res 42 (2012) 1-31.
- [173] T.F. Kelly, M.K. Miller: Invited Review Article: Atom probe tomography, Rev Sci Instrum 78 (2007) 1-20.
- [174] M.K. Miller: Atom probe field ion microscopy, in: J.M. Walls, R. Smith (Eds.), Surface science techniques, Pergamon, Oxford, 1994, 171-184.
- [175] H. Leitner, H. Clemens: Werkstoffcharakterisierung mittels dreidimensionaler Atomsonde, BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte 151 (2006) 199-204.
- [176] M. Murayama, K. Hono, M. Saga, M. Kikuchi: Atom probe studies on the early stages of precipitation in Al-Mg-Si alloys, Mater Sci Eng A 250 (1998) 127-132.
- [177] M. Murayama, K. Hono: Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, Acta Mater 47 (1999) 1537-1548.
- [178] D. Vaumousse, A. Cerezo, P.J. Warren: A procedure for quantification of precipitate microstructures from three-dimensional atom probe data, Ultramicroscopy 95 (2003) 215-221.
- [179] F. de Geuser, W. Lefebvre, D. Blavette: 3D atom probe study of solute atoms clustering during natural ageing and pre-ageing of an Al-Mg-Si alloy, Philos Mag Lett 86 (2006) 227-234.
- [180] A. Serizawa, S. Hirose, T. Sato: Three-dimensional atom probe characterization of nanoclusters responsible for multistep aging behavior of an Al-Mg-Si alloy, Metall Mater Trans A 39 (2008) 243-251.

- [181] C.S.T. Chang, I. Wieler, N. Wanderka, J. Banhart: Positive effect of natural pre-ageing on precipitation hardening in Al-0.44 at% Mg-0.38 at% Si alloy, *Ultramicroscopy* 109 (2009) 585-592.
- [182] P.A. Rometsch, L.F. Cao, X.Y. Xiong, B.C. Muddle: Atom probe analysis of early-stage strengthening behaviour in an Al-Mg-Si-Cu alloy, *Ultramicroscopy* 111 (2011) 690-694.
- [183] R.K.W. Marceau, A. de Vaucorbeil, G. Sha, S.P. Ringer, W.J. Poole: Analysis of strengthening in AA6111 during the early stages of aging: Atom probe tomography and yield stress modelling, *Acta Mater* 61 (2013) 7285-7303.
- [184] S. Pogatscher, S.S.A. Gerstl, J.F. Löffler, P.J. Uggowitzer: Atom probe tomography investigations of modified early stage clustering in Si-containing aluminum alloys, *Acta Phys Pol A* 128 (2015) 643-646.
- [185] M.K. Miller: Atom probe field ion microscopy (Monographs on the Physics and Chemistry of Materials 52), Clarendon Press, Oxford, 1996.
- [186] G. Wassermann: *Praktikum der Metallkunde und Werkstoffprüfung*, Springer-Verlag, Berlin, 1965.
- [187] P.D. Desai, H.M. James, C.Y. Ho: Electrical resistivity of aluminum and manganese, *J Phys Chem Ref Data* 13 (1984) 1131-1172.
- [188] E. Kovács-Csetényi, C.R. Vassel, I. Kovács: Determination of the solubility of Si in dilute Al-Si alloys by low-temperature resistivity measurements, *phys stat sol (b)* 17 (1966) K123-K126.
- [189] F. Pawlek, D. Rogalla: The electrical resistivity of silver, copper, aluminium, and zinc as a function of purity in the range 4-298° K, *Cryogenics* 6 (1966) 14-20.
- [190] Burster Präzisionsmesstechnik GmbH & Co. KG: Datenblatt: Hochpräziser Mess- und Prüfautomat für die elektrische Widerstandsmesstechnik RESISTOMAT® Typ 2304, Gernsbach.
- [191] H. Parisch: *Festkörper-Kontinuumsmechanik*, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2003.
- [192] Y.-N. Kwon, Y.S. Lee, J.H. Lee: Deformation behavior of Al-Mg-Si alloy at the elevated temperature, *J Mater Process Tech* 187-188 (2007) 533-536.
- [193] M. Reich, O.H. Keßler: Mechanical properties of undercooled aluminium alloys and their implementation in quenching simulation, *Mater Sci Tech* 28 (2012) 769-772.
- [194] M. Reich, O.H. Keßler: Quenching simulation of aluminum alloys including mechanical properties of the undercooled states, *Matls Perf Charact* 1 (2012) 1-18.
- [195] N. Chobaut: Measurements and modelling of residual stresses during quenching of thick heat treatable aluminium components in relation to their precipitation state, PhD thesis, École polytechnique fédérale de Lausanne, Lausanne, 2015.
- [196] H. Kuchling: *Taschenbuch der Physik*, 19th ed., Fachbuchverlag Leipzig im Carl-Hanser-Verlag, München, 2007.

- [197] DIN EN 60584-1:2014-07: Thermoelemente - Teil 1: Thermospannungen und Grenzabweichungen (IEC 60584-1:2013); Deutsche Fassung EN 60584-1:2013, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag, Berlin.
- [198] I. Kovács, J. Lendvai, T. Ungár: Investigation of Mg loss during heat treatments in an Al-Mg-Si alloy, *Mater Sci Eng* 21 (1975) 169-175.
- [199] É. Hidvégi, E. Kovács-Csetényi: Study of the loss of magnesium in an Al-Mg-Si alloy, *Mater Sci Eng* 27 (1977) 39-43.
- [200] F. Lasagni, A. Falahati, H. Mohammadian-Semnani, H.P. Degischer: Precipitation of Si revealed by dilatometry in Al-Si-Cu/Mg alloys, *Kovove Mater* 46 (2008) 1-6.
- [201] P. Schumacher, M. Reich, V. Mohles, S. Pogatscher, P.J. Uggowitzer, B. Milkereit: Correlation between supersaturation of solid solution and mechanical behaviour of two binary Al-Si-alloys, *Mater Sci Forum* 794-796 (2014) 508-514.
- [202] P. Schumacher, S. Pogatscher, M.J. Starink, C. Schick, V. Mohles, B. Milkereit: Quench-induced precipitates in Al-Si alloys: Calorimetric determination of solute content and characterisation of microstructure, *Thermochim Acta* 602 (2015) 63-73.
- [203] P. Schumacher, S. Pogatscher, M.J. Starink, O.H. Keßler, C. Schick, V. Mohles et al.: Control of phase transformation during heat treatments based on DSC experiments, in: M. Militzer, G. Botton, L.-Q. Chen, J.M. Howe, C. Sinclair, H. Zurob (Eds.), *Proceedings of the International Conference on Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials 2015 (PTM 2015)*, Whistler (BC), Canada, 2015, 699-706.
- [204] H.Y. Hunsicker: Dimensional changes in heat treating aluminum alloys, *Metall Trans A* 11 (1980) 759-773.
- [205] M.J. Starink: Comments on: 'Calorimetric study of 6061-Al-15vol.% SiC_w PM composites extruded at different temperatures' by A. Borrego, G. González-Doncel, *Mater. Sci. Eng. A* 245 (1998) 10, *Mater Sci Eng A* 276 (2000) 288-291.
- [206] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen: The crystal structure of the β' phase in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater* 55 (2007) 3815-3823.
- [207] J.-F. Nie: Physical metallurgy of light alloys, in: D.E. Laughlin, K. Hono (Eds.), *Physical Metallurgy*, 5th ed., Elsevier, Oxford, 2014, 2009-2156.
- [208] M.A. van Huis, J.H. Chen, H.W. Zandbergen, M.H.F. Sluiter: Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al-Mg-Si alloys in the late stages of evolution, *Acta Mater* 54 (2006) 2945-2955.
- [209] E. Weidmann, A. Guesnier: *Metallografische Präparation von Aluminium und Aluminiumlegierungen (Struers Application Notes)*, Kopenhagen, Dänemark, 2015.
- [210] R.S. Wagner: On the growth of germanium dendrites, *Acta Metall* 8 (1960) 57-60.
- [211] D.R. Hamilton, R.G. Seidensticker: Propagation mechanism of germanium dendrites, *J Appl Phys* 31 (1960) 1165-1168.
- [212] K. Fujiwara, K. Maeda, N. Usami, K. Nakajima: Growth mechanism of Si-faceted dendrites, *Phys Rev Lett* 101 (2008).

- [213] M. Timpel: Einfluss von Strontium auf die Mikrostruktur von Aluminium-Silizium Legierungen (Schriftenreihe des HZB - Examensarbeiten 32), Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Berlin, 2012.
- [214] B. Milkereit, M.J. Starink: Quench sensitivity of Al-Mg-Si alloys: A model for linear cooling and strengthening, *Mater Des* 76 (2015) 117-129.
- [215] Y. Zhang, B. Milkereit, O.H. Keßler, C. Schick, P.A. Rometsch: Development of continuous cooling precipitation diagrams for aluminium alloys AA7150 and AA7020, *J Alloys Compd* 584 (2014) 581-589.
- [216] DIN EN ISO 6507-1:2006-03: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren (ISO 6507-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2005, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag, Berlin.
- [217] U.F. Kocks: Kinetics of solution hardening, *Metall Trans A* 16 (1985) 2109-2129.
- [218] M.A. Soare, W.A. Curtin: Solute strengthening of both mobile and forest dislocations: The origin of dynamic strain aging in fcc metals, *Acta Mater* 56 (2008) 4046-4061.
- [219] A.K. Sachdev: Development of an aluminum sheet alloy with improved formability, *Metall Mater Trans A* 21 (1990) 165-175.
- [220] D. Kuhlmann-Wilsdorf, H.G.F. Wilsdorf, J.A. Wert: LEDS theory of workhardening stages and "planar" versus "distributed" glide, *Scr Metall Mater* 31 (1994) 729-734.
- [221] H.H. Rossig, G. Ibe, W. Gruhl: Streckgrenzeneffekte in vielkristallinen Aluminium-Magnesium-Legierungen, Teil I, *Metall* 28 (1974) 232-237.
- [222] O.D. Sherby, R.A. Anderson, J.E. Dorn: Effect of alloying elements on the elevated temperature plastic properties of alpha solid solutions of aluminum, *J Metals* (1951) 643-652.
- [223] Ø. Ryen: Work Hardening and Mechanical Anisotropy of Aluminium Sheets and Profiles, PhD thesis, The Norwegian University of Science and Technology (NTNU), Trondheim, 2003.
- [224] Q. Zhao, B. Holmedal, Y. Li: Influence of dispersoids on microstructure evolution and work hardening of aluminium alloys during tension and cold rolling, *Philos Mag* 93 (2013) 2995-3011.
- [225] Q. Zhao, B. Holmedal: Modelling work hardening of aluminium alloys containing dispersoids, *Philos Mag* 93 (2013) 3142-3153.
- [226] F. Ostermann: Anwendungstechnologie Aluminium (VDI-Buch), 2nd ed., Springer-Verlag, Berlin, 2007.
- [227] B. Milkereit, L. Giersberg, O.H. Keßler, C. Schick: Isothermal time-temperature-precipitation diagram for an aluminum alloy 6005A by in situ DSC experiments, *Materials* 7 (2014) 2631-2649.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1:	Schematische Darstellung der Temperaturabhängigkeit relevanter Größen für den Keimbildungsprozess (nach [2], S. 318).	6
Abbildung 2.2:	Schematische Darstellungen von Versuchsdaten zur Charakterisierung des Festigkeits- und Verformungsverhaltens von Aluminiumlegierungen.	41
Abbildung 3.1:	Schematische Darstellung von Temperatur-Zeit-Verläufen der DSC-Untersuchungen.	53
Abbildung 3.2:	Verwendete Probengeometrien für unterschiedliche DSC-Geräte.	55
Abbildung 3.3:	Aufbau des <i>Setaram DSC C600</i>	56
Abbildung 3.4:	Vorgehensweise bei der Datenauswertung zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p (Kurvenentkrümmung) und der spezifischen Enthalpieänderung $ \Delta h_K $ (Integration) aus den gemessenen DSC-Kurven.	59
Abbildung 3.5:	Schematische Darstellung der Kornstruktur in einem umgeformten Profil mit Kennzeichnung der drei Hauptorientierungen (nach [169], S. 75).	61
Abbildung 3.6:	Schematische Darstellung der standardisierten zweistufigen Präparationsmethodik zur Herstellung von Proben für Atomsondenexperimente (nach [174], S. 176).	70
Abbildung 3.7:	Prinzipieller Messaufbau für die Durchführung von thermomechanischen Analysen am Abschreck- und Umformdilatometer <i>DIL 805 A/D</i>	76
Abbildung 3.8:	Schematische Darstellung der Versuchsabläufe bei der thermomechanischen Analyse und von resultierenden Ergebnissen.	77
Abbildung 3.9:	Vorgehensweise zur Erstellung von Kocks-Mecking-Plots für die Charakterisierung der Verformungsverfestigung.	82
Abbildung 3.10:	Vorgehensweise zur Berechnung der scheinbaren Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.	83
Abbildung 3.11:	Vorgehensweise zur Berechnung der stationären Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit.	84
Abbildung 4.1:	Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (b, d, f) von Al4N in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	89
Abbildung 4.2:	Kocks-Mecking-Plots von Al4N in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	89

Abbildung 4.3:	Spannungs-Dehnungs-Kurven von Al4N aus Versuchen mit konstanter Dehnrate und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	91
Abbildung 4.4:	Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von Al4N in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	91
Abbildung 4.5:	Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlMg5. Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur.	92
Abbildung 4.6:	LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in Al-Mg-Legierungen.....	94
Abbildung 4.7:	Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (b, d, f) von AlMg0,4 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	97
Abbildung 4.8:	Kocks-Mecking-Plots von AlMg0,4 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	97
Abbildung 4.9:	Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg0,4 aus Versuchen mit konstanter Dehnrate und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	99
Abbildung 4.10:	Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg0,4 in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	99
Abbildung 4.11:	Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (b, d, f) von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	101
Abbildung 4.12:	Kocks-Mecking-Plots von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	101
Abbildung 4.13:	Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg0,8 aus Versuchen mit konstanter Dehnrate und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	102
Abbildung 4.14:	Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg0,8 in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	102
Abbildung 4.15:	Einfluss der Umformtemperatur auf Fließfiguren (Streckgrenzeneffekt und PLC-Effekt) in der Legierung AlMg5.	103
Abbildung 4.16:	Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (b, d, f) von AlMg5 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	104

Abbildung 4.17: Kocks-Mecking-Plots von AlMg5 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$.	104
Abbildung 4.18: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg5 aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .	107
Abbildung 4.19: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlMg5 in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	107
Abbildung 4.20: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlMg5 in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K für verschiedene Verformungstemperaturen T_V .	108
Abbildung 4.21: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlSi0,25.	110
Abbildung 4.22: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlSi0,7.	111
Abbildung 4.23: Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur beim Wiedererwärmen von Proben aus AlSi0,7 mit unterschiedlichen Raten \dot{T}_{WE} .	114
Abbildung 4.24: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit indirekter Versuchsführung an AlSi0,25.	116
Abbildung 4.25: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit indirekter Versuchsführung an AlSi0,7.	117
Abbildung 4.26: Spezifische Enthalpieänderung $ \Delta h_K $ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit aus direkten und indirekten DSC-Messungen an beiden Al-Si-Legierungen.	119
Abbildung 4.27: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.	120
Abbildung 4.28: LM-Aufnahme von AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s sowie farbliche Kennzeichnung von Ausscheidungen mit identischer Ausrichtung.	121
Abbildung 4.29: LM-Aufnahmen (anodisiert nach Barker) zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.	122
Abbildung 4.30: Spezifische Wärmekapazitätsdifferenz Δc_p als Funktion der Temperatur bei Abkühlung von AlSi0,7 mit zwei verschiedenen Abkühlraten sowie Kennzeichnung der Temperaturen, ab denen für nachfolgende Mikrostrukturuntersuchungen überkritisch abgeschreckt wurde.	123
Abbildung 4.31: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlSi0,7 bei Abkühlung mit zwei verschiedenen Abkühlraten in Abhängigkeit der Temperatur.	125

Abbildung 4.32: SEM-Aufnahmen von Ausscheidungen unterschiedlicher Morphologie in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s.....	126
Abbildung 4.33: BF-STEM-Aufnahmen sowie zugehörige Elementverteilungsbilder (EDX) von Ausscheidungen unterschiedlicher Morphologie in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 10^{-2}$ K/s.....	126
Abbildung 4.34: BF-TEM-Aufnahmen einer Ausscheidung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.	127
Abbildung 4.35: BF-STEM-Aufnahme einer Si-Ausscheidung in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.	127
Abbildung 4.36: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen und EDX-linescans für zwei verschiedene Ausscheidungen in AlSi0,7 nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.	129
Abbildung 4.37: BF-TEM-Aufnahmen von Partikeln mit unterschiedlichen Orientierungsbeziehungen zu Al-Matrix und zugehörige Beugungsmuster (SAED) mit Indizes der Beugungsreflexe vom kfz-Gitter (Al) bzw. kd-Gitter (Si).	130
Abbildung 4.38: Metallografische Schliffbilder der Legierung AlSi0,25 für verschiedene Wärmebehandlungszustände (a, b, c) sowie unterschiedliche Schliffebenen.....	132
Abbildung 4.39: Messwerte der spezifischen Enthalpieänderung $ \Delta h_K $ nach Abkühlung auf RT als Funktion der Abkühlgeschwindigkeit und gefitteter Funktionsverlauf nach Gleichung 4.1.	135
Abbildung 4.40: Spezifische Enthalpieänderung $ \Delta h $ aus direkten DSC-Messungen und berechneter Si-Gehalt in Lösung $c(\dot{T}_K)$ als Funktion der Temperatur.....	137
Abbildung 4.41: Modellierte Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte (Metallografie).....	139
Abbildung 4.42: SEM-Aufnahmen zur Beurteilung der Probeneignung für Atomsondetomografie.....	141
Abbildung 4.43: 3D-Rekonstruktionen (atom maps) des α -MK (Volumen $20 \times 20 \times 20$ nm ³) von Proben, die mit unterschiedlicher Rate \dot{T}_K auf RT gekühlt worden sind.....	141
Abbildung 4.44: Modellierte Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte (APT).....	141

Abbildung 4.45: Gegenüberstellung der Werte für den gelösten Si-Gehalt c_K aus elektrischen Widerstandsmessungen und aus der Modellierung auf Basis von DSC-Messungen.....	144
Abbildung 4.46: Modellierte Verläufe für den gelösten Si-Gehalt c_K und den Volumenanteil von Si-Ausscheidungen Φ_K nach vollständiger Abkühlung auf RT in Abhängigkeit der Abkühlrate sowie experimentell bestimmte Werte. .	144
Abbildung 4.47: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{l\varphi_i}$ (b, d, f) von AlSi0,25 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	146
Abbildung 4.48: Kocks-Mecking-Plots von AlSi0,25 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	146
Abbildung 4.49: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,25 aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	148
Abbildung 4.50: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlSi0,25 in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	148
Abbildung 4.51: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a, c, e) sowie Spannungswerte $\sigma_{l\varphi_i}$ (b, d, f) von AlSi0,7 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für drei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	150
Abbildung 4.52: Kocks-Mecking-Plots von AlSi0,7 in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für zwei verschiedene Dehnraten $\dot{\epsilon}$	150
Abbildung 4.53: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,7 aus Versuchen mit konstanter Dehnrates und Versuchen mit Dehnratenwechseln (SRJT) für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	152
Abbildung 4.54: Scheinbare und stationäre Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit von AlSi0,7 in Abhängigkeit der Dehnung φ (a, b) und der Verformungstemperatur T_V (c, d).	152
Abbildung 4.55: Spannungs-Dehnungs-Kurven von AlSi0,7 in Abhängigkeit der Abkühlgeschwindigkeit \dot{T}_K für verschiedene Verformungstemperaturen T_V	153
Abbildung 4.56: Versuchsdurchführung zur Bestimmung des Einflusses von Si-Ausscheidungen auf das Festigkeits- und Fließverhalten in Al-Si-Legierungen.	156
Abbildung 4.57: Einfluss der Dehnrates auf Spannungs-Dehnungs-Kurven von Al-Si-Legierungen mit jeweils 0,26 ma.% Si in Lösung und unterschiedlichen Partikelkonfigurationen.....	156
Abbildung 4.58: Ergebnisse der DSC-Untersuchungen mit direkter Versuchsführung an AlMg0,6Si0,8.	158

Abbildung 4.59: LM-Aufnahmen zur Beurteilung der Ausscheidungsbildung in AlMg _{0,6} Si _{0,8} nach Abkühlung auf RT mit verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten.....	160
Abbildung 4.60: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen und EDX-linescans für zwei verschiedene Ausscheidungen in AlMg _{0,6} Si _{0,8} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s.	161
Abbildung 4.61: STEM-Aufnahmen sowie EDX-Punktanalysen für verschiedene Ausscheidungen in AlMg _{0,6} Si _{0,8} nach Abkühlung auf RT mit $\dot{T}_K = 0,1$ K/s. ..	162
Abbildung 4.62: BF-TEM-Aufnahmen und zugehörige Beugungsmuster (SAED) mit Indizes der Beugungsreflexe vom kfz-Gitter (Al) und von den jeweiligen Ausscheidungsphasen.	163
Abbildung 4.63: Spannungs-Dehnungs-Kurven (a) sowie Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (b) von AlMg _{0,6} Si _{0,8} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für die Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-1}$ s ⁻¹	165
Abbildung 4.64: Kocks-Mecking-Plot von AlMg _{0,6} Si _{0,8} in Abhängigkeit der Verformungstemperatur T_V für die Dehnrates $\dot{\epsilon} = 10^{-1}$ s ⁻¹	165
Abbildung 5.1: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung AlSi _{0,7}	175
Abbildung 5.2: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung AlMg _{0,6} Si _{0,8}	182
Abbildung 5.3: Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei $T_V = 30$ °C für verschiedene Werkstoffe nach überkritischer Abkühlung nach Lösungsglühung (reine Mischkristalle).....	185
Abbildung 5.4: Vergleich ermittelter Spannungswerte $\sigma_{ \varphi_i}$ (volle Symbole) mit Angaben aus der Literatur (offene Symbole) in Abhängigkeit des gelösten Legierungsgehaltes.....	189
Abbildung 5.5: Vergleich von Spannungs-Dehnungs-Kurven bei $T_V = 300$ °C für verschiedene Werkstoffe nach überkritischer Abkühlung nach Lösungsglühung (reine Mischkristalle).....	196
Abbildung 5.6: Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,20}$ nach überkritischer Abkühlung auf die angegebene Verformungstemperatur T_V	198
Abbildung 5.7: Einfluss hoher Umformtemperatur ($T_V = 300$ °C) auf die Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung $\sigma_{0,20}$ von binären Legierungen nach überkritischer Abkühlung.	201
Abbildung 5.8: Schematische Darstellung der Abhängigkeit des thermischen Fließspannungsanteils von Dehnrates und Temperatur (nach [130], S. 32).	202

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1: Massenanteile w_{El} enthaltener Legierungselemente der untersuchten Aluminiumlegierungen.....	48
Tabelle 3.2: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von in-situ Abkühl-experimenten mittels DSC (direkte Versuchsführung).	57
Tabelle 3.3: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von Wiedererwärm-experimenten (indirekte Versuchsführung).....	58
Tabelle 3.4: Übersicht der Versuchsparameter zur Einstellung verschiedener Wärmebe-handlungszustände für die Untersuchung der Korngrößenentwicklung.	62
Tabelle 3.5: Erhöhung des spezifischen Restwiderstandes von Aluminium durch gelöste Fremdatome $\Delta\rho_{4\text{K}_{\text{El}}}$	72
Tabelle 3.6: Übersicht der Versuchsparameter zur Durchführung von thermo-mechanischen Analysen für die Charakterisierung des mechanischen Fließverhaltens.	80
Tabelle 4.1: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Reinaluminium (Al4N) für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliff-ebenen.	87
Tabelle 4.2: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Al-Mg-Legierungen für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliff-ebenen.	95
Tabelle 4.3: Vergleich gemessener und theoretischer Netzebenenabstände d_{hkl} vom kfz-Gitter (Al) und kd-Gitter (Si) für die zwei Beugungsaufnahmen aus Abbil-dung 4.37 a und b.....	131
Tabelle 4.4: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in Al-Si-Legierungen für drei unterschiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliff-ebenen.	132
Tabelle 4.5: Ergebnisgrößen der gefitteten Funktionsverläufe für alle Parameter des Modellansatzes.	135
Tabelle 4.6: Übersicht der durch Restwiderstandsmessungen analysierten Werkstoff-zustände sowie Ergebnisgrößen im Vergleich zu den Modellvorhersagen.	143
Tabelle 4.7: Vergleich gemessener und theoretischer Netzebenenabstände d_{hkl} vom kfz-Gitter (Al) und von Kristallgittern der Ausscheidungen aus Abbil-dung 4.62 a und b.....	163
Tabelle 4.8: Übersicht mittlerer Korndurchmesser in AlMg _{0,6} Si _{0,8} für zwei unter-schiedliche Wärmebehandlungszustände und verschiedene Schliffebenen.	164

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Philipp Schumacher

Rostock, 24.04.2018

Anhang

A1: Abbildungen

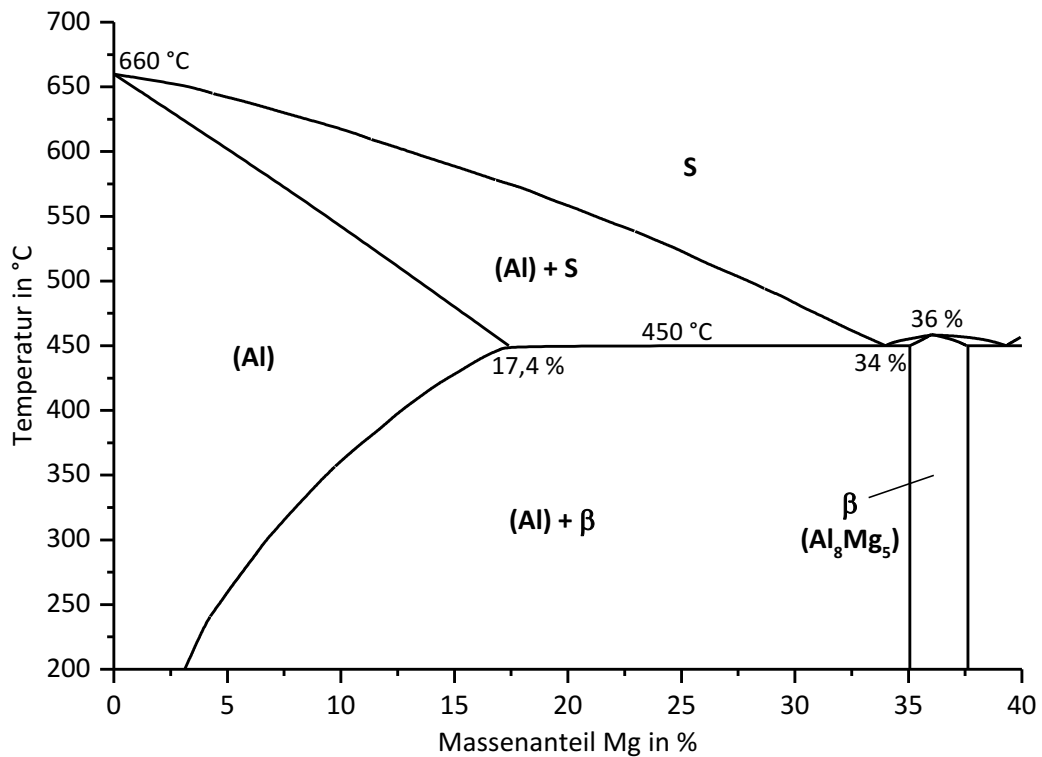


Abbildung A.1: Teilbereich des binären Phasengleichgewichtsdiagramms Al-Mg (nach [9]).

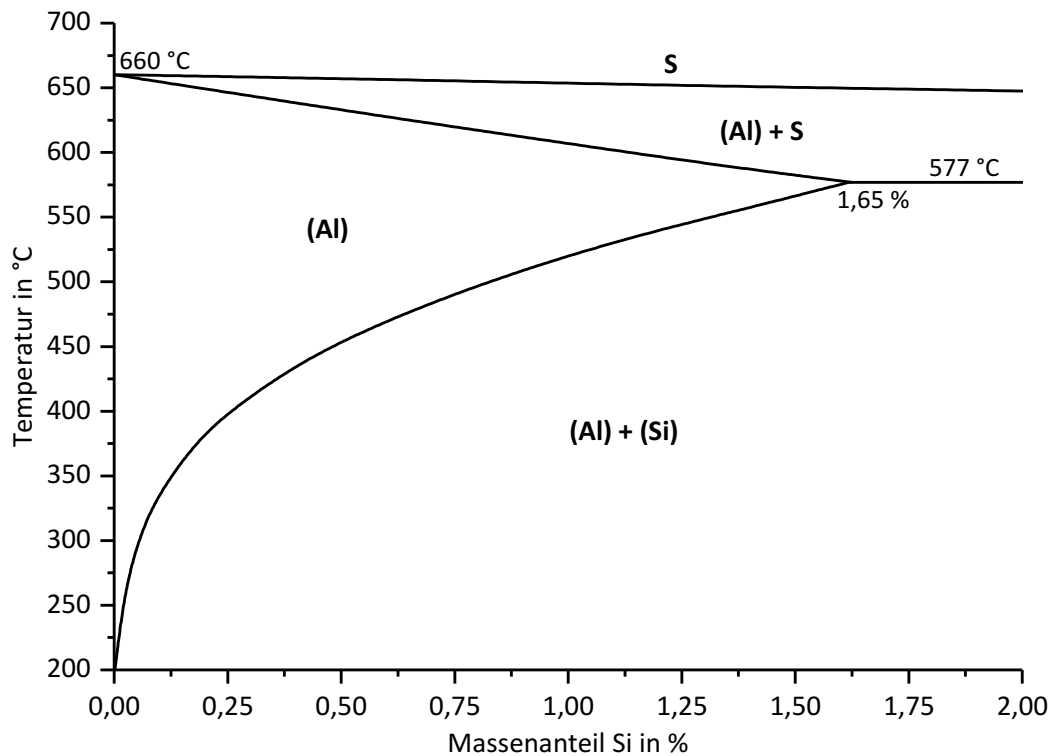


Abbildung A.2: Teilbereich des binären Phasengleichgewichtsdiagramms Al-Si (nach [31]).

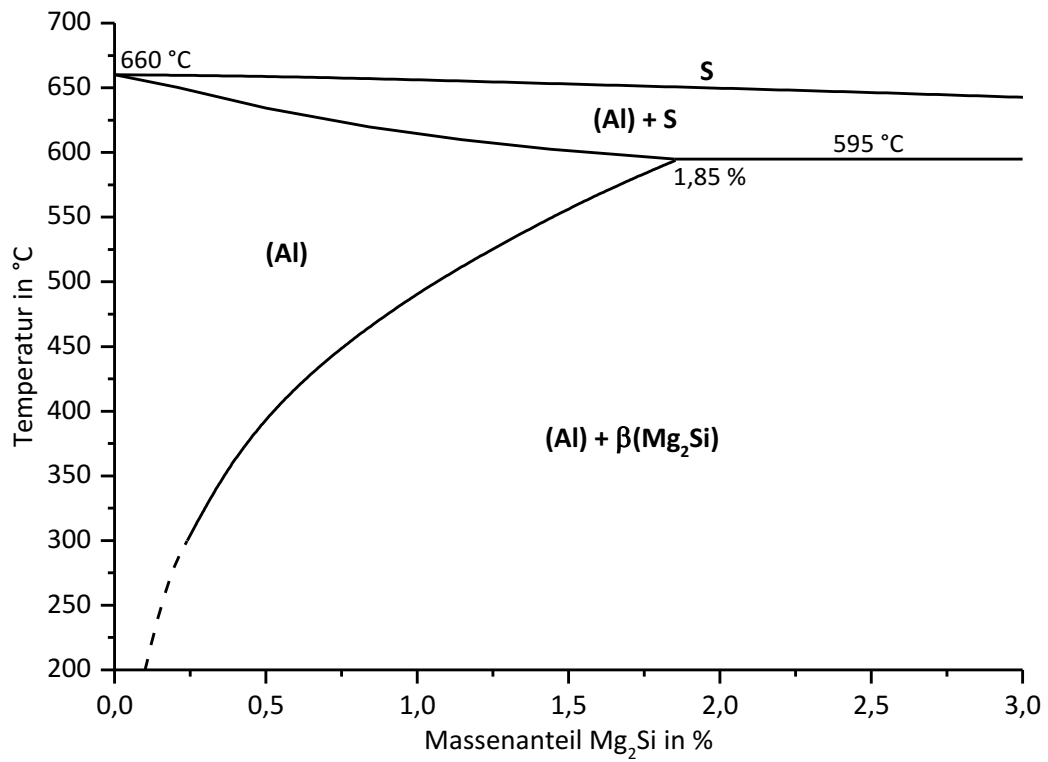


Abbildung A.3: Teilbereich des quasibinären Phasengleichgewichtsdiagramms Al-Mg₂Si (nach [61]).

A2: Abkürzungsverzeichnis

APT	atom probe tomography (Atomsondentomografie)
AZ	Ausgangszustand
BF	bright field (Hellfeld)
DC (casting)	direct chill casting (Stranggießverfahren mit direkter Kühlung)
DF	dark field (Dunkelfeld)
DIK	Differentialinterferenzkontrast
DSC	differential scanning calorimetry (dynamische Differenzkalorimetrie)
EDX/EDS	energy dispersive X-ray spectroscopy (energiedispersive Röntgenspektroskopie)
EM	Elektronenmikroskop(ie)
GND	geometrically necessary dislocation (geometrisch notwendige Versetzung)
GP	Guinier-Preston
HRTEM	high resolution transmission electron microscope/microscopy (hochauflösende(s) Transmissionselektronenmikroskop(ie))
HT	Hochtemperatur
JMAK	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
kd	kubisch diamant
kfz	kubisch flächenzentriert
LM	Lichtmikroskop(ie)
MK	Mischkristall
NT	Niedertemperatur
OES	optische Emissionsspektrometrie
OPS	Oxid-Poliersuspension
PLC-Effekt	Portevin-Le Chatelier-Effekt (dynamische Reckalterung)
ppm	parts per million ($1 \text{ ppm} = 1 \cdot 10^{-6}$)
P-R	Probenmessung im DSC (Messung von Probe gegen Referenz)

QFA	Quench-Factor-Analyse
R–R	Basislinienmessung im DSC (Messung von Referenz gegen Referenz)
SEM	scanning electron microscope/microscopy (Rasterelektronenmikroskop(ie))
RT	Raumtemperatur
SAED	selected area electron diffraction (Feinbereichselektronenbeugung)
SRJT	strain rate jump test (Dehngeschwindigkeitswechselversuch)
SRS	strain rate sensitivity (Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit)
STEM	scanning transmission electron microscope/microscopy (Rastertransmissionselektronenmikroskop(ie))
TEM	transmission electron microscope/microscopy (Transmissionselektronenmikroskop(ie))
TMA	thermomechanical analysis (thermomechanische Analyse)
TOFMS	time-of-flight mass spectrometry (Flugzeit-Massenspektrometrie)
TPRE	twin plane re-entrant edge(-Mechanismus)

A3: Symbolverzeichnis

A	Querschnittsfläche
A_i	Koeffizienten für Fließkurven-Fit mit $i = 1, 2, 3$
B	Parameter mit Bezug zur Keimbildungsrate (Avrami-Exponent)
C_t	kritische Zeit des Umwandlungsprozesses bei isothermen Bedingungen (QFA)
C_p	Wärmekapazität (bei konstantem Druck)
E	Elastizitätsmodul
F	Kraft
G	1. freie Enthalpie 2. Schubmodul
ΔG	Änderung der freien Enthalpie
ΔG^*	Keimbildungsarbeit/Aktivierungsenergie zur Bildung eines stabilen Keimes
ΔG_E	verzerrungsabhängige Differenz der freien Enthalpie
ΔG_G	grenzflächenabhängige Differenz der freien Enthalpie
ΔG_V	volumenabhängige Differenz der freien Enthalpie
\dot{G}	Wachstumsrate
H	Enthalpie
ΔH	Enthalpiedifferenz/-änderung
ΔH_x	Bildungsenthalpie der Phase x
$\Delta(dH/dt)$	Wärmestromdifferenz (gilt bei konstantem Druck p)
I	elektrischer Strom
K	1. werkstoffbezogener Parameter (Dehnratenabhängigkeit der Fließspannung) 2. werkstoffbezogener Parameter (Abhängigkeit der Fließspannung von gelöster Fremdatomkonzentration)
K_i	Konstante mit $i = 1, 2, 3, 4$
M	Taylorfaktor
M_{El}	molare Masse eines Elementes
N_{dim}	Parameter mit Bezug zur Dimensionalität der wachsenden Phase (Avrami-Exponent)
\dot{N}	Keimbildungsrate
Q	Wärme
Q_F	Quench-Factor

Q_d	Aktivierungsenergie für Diffusion
R	elektrischer Widerstand
S	Querschnittsfläche
S_0	Ausgangsquerschnitt
T	Temperatur
ΔT	Unterkühlung
T_K	Temperatur, bis zu welcher eine Abkühlung nach dem Lösungsglühen erfolgt ist
T_{LG}	Lösungsglühtemperatur
T_S	Schmelztemperatur
T_V	Verformungstemperatur
T_{WE}	maximale Temperatur beim Wiedererwärmen
T_{eut}	eutektische Temperatur
T/T_S	homologe Temperatur
\dot{T}	Scanrate bzw. Temperaturänderungsgeschwindigkeit
\dot{T}_E	Erwärmgeschwindigkeit
\dot{T}_K	Kühlgeschwindigkeit
\dot{T}_{WE}	Wiedererwärmgeschwindigkeit
\dot{T}_{krit}	kritische Abkühlgeschwindigkeit
a_x, c_x	Gitterkonstanten des Elementes bzw. der Phase x
b	1. Breite 2. Länge des Burgersvektors
\bar{b}	Burgersvektor
b_i	Koeffizienten für Fließkurven-Fit mit $i = 1, 2, 3$
c	Fremdatomkonzentration des Mischkristalls
c_{El}	Lösungsgehalt eines Legierungselementes
$c _{T_K}$	Fremdatomkonzentration des Mischkristalls nach Abkühlung auf die Temperatur T_K
c_K	Fremdatomkonzentration des Mischkristalls nach Abkühlung auf RT
c_{K_max}	maximale Fremdatomkonzentration des Mischkristalls nach (überkritischer) Abkühlung auf RT

$c_{\max(T)}$	maximale Fremdatomkonzentration des Mischkristalls in Abhängigkeit der Temperatur T
$c_{\max T}$	maximale Fremdatomkonzentration des Mischkristalls bei der Temperatur T
$c_{\min(T)}$	Gleichgewichtslöslichkeit des Mischkristalls in Abhängigkeit der Temperatur T
$c_{\min T}$	Gleichgewichtslöslichkeit des Mischkristalls bei der Temperatur T
c_p	spezifische Wärmekapazität (bei konstantem Druck)
d	Dicke
d_K	Korngröße bzw. Korndurchmesser
Δd_K	Korngrößenunterschied
d_T	Teilchendurchmesser
d_{hkl}	Netzebenenabstand der beugenden Netzebenenschar (hkl)
f	umgewandelten Anteil einer Phase bei isothermer Zustandsänderung
g	Parameter mit Bezug zum Mechanismus des Wachstumsprozesses (Avrami-Exponent)
Δg_E	spezifische elastische Verzerrungsenthalpie
Δg_V	spezifische freie Bildungsenthalpie
h	spezifische Enthalpie
h_0	definierter Enthalpiewert in einem Gleichgewichtszustand
Δh	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung
$\Delta h_{ T_K}$	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung nach Abkühlung auf die Temperatur T_K
Δh_K	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung nach Abkühlung auf RT
Δh_{K_max}	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung nach Abkühlung auf RT unter Gleichgewichtsbedingungen (maximale Enthalpieänderung)
$\Delta h_{K_max T_K}$	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung nach Abkühlung auf die Temperatur T_K unter Gleichgewichtsbedingungen
Δh_{WE}	spezifische Enthalpiedifferenz/-änderung beim Wiedererwärmen
hkl	Miller'sche Indizes
k	Parameter mit Bezug zur Keimbildungs- und Wachstumsrate (JMAK-Gleichung)
k_1	Konstante (QFA)
k_B	Boltzmann-Konstante
k_{HP}	Hall-Petch-Konstante (Konstante für Korngrenzenverfestigung)

k_M	Konstante für die Modellierung des Ausscheidungsverhaltens
k_{MK}	Konstante für Mischkristallverfestigung
$k_{T,o}$	Konstante für Teilchenverfestigung (Orowan-Mechanismus)
$k_{T,s}$	Konstante für Teilchenverfestigung (Schneidmechanismus)
k_V	Konstante für Versetzungsverfestigung
l	Länge
Δl	Längenänderung
l_0	Ausgangslänge
m	1. Dehngeschwindigkeitsempfindlichkeit 2. Probenmasse (DSC)
n	1. Avrami-Exponent 2. Exponent der Mischkristallverfestigung
n^*	Anzahl stabiler Keime
p	Druck
r	Keimradius
r^*	kritischer Keimradius
r_{El}	Atomradius eines Elementes
t	Zeit
t_0	Zeitpunkt bei Beginn des Abkühlvorganges (QFA)
t_{LG}	Lösungsglühdauer
t_f	Zeitpunkt bei Ende des Abkühlvorganges (QFA)
v_d	Anlagerungsrate
x_{El}	Stoffmengenanteil eines Elementes
w_{El}	Massenanteil eines Elementes
ϕ	1. Wärmestrom 2. Ausscheidungsvolumenanteil
$\phi_{ T_K}$	Ausscheidungsvolumenanteil nach Abkühlung auf die Temperatur T_K
ϕ_K	Ausscheidungsvolumenanteil nach Abkühlung auf RT
$\phi_{K,max}$	Ausscheidungsvolumenanteil nach Abkühlung auf RT unter Gleichgewichtsbedingungen (maximaler Ausscheidungsvolumenanteil)

α	thermischer Längenausdehnungskoeffizient
$\alpha(-\text{MK})$	Aluminium-Mischkristall
β	1. Legierungssystem Al-Mg-Si: intermetallische Gleichgewichtsphase Mg_2Si 2. Legierungssystem Al-Mg: intermetallische Gleichgewichtsphase Al_8Mg_5 (häufig auch mit Al_3Mg_2 bezeichnet)
γ	spezifische freie Grenzflächenenthalpie
γ_x	Winkel zwischen zwei Gittervektoren des Elementes bzw. der Phase x
ε	technische Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	technische Dehngeschwindigkeit
η_i	Impingementfaktor
θ	Verfestigungsrate
θ_0	anfängliche Verfestigungsrate (Bereich II)
ρ	1. Versetzungsdichte 2. spezifischer elektrischer Widerstand
ρ_{El}	Dichte eines Elementes
$\rho_0, \rho_{4\text{K}}$	spezifischer elektrischer Restwiderstand
$\Delta\rho_{4\text{KEl}}$	prozentuale Erhöhung des spezifischen elektrischen Restwiderstandes durch gelöstes Legierungselement
σ	mechanische Spannung bzw. wahre Spannung
$\sigma_{ \varphi_i}$	wahrer Spannungswert bei definiertem Betrag der Dehnung φ_i
σ_{F}	Fließspannung
$\Delta\sigma_{\text{FK}}$	Verfestigungsbeitrag durch Korngrenzenverfestigung
$\Delta\sigma_{\text{FMK}}$	Verfestigungsbeitrag durch Mischkristallverfestigung
$\Delta\sigma_{\text{FT}}$	Verfestigungsbeitrag durch Teilchenverfestigung
$\Delta\sigma_{\text{FV}}$	Verfestigungsbeitrag durch Versetzungsverfestigung
σ_{f}	Fließgrenze
σ_{fmax}	maximale Fließgrenze im Zustand T6 (QFA)
σ_{fmin}	minimale Fließgrenze bzw. Fließgrenze der Matrix (QFA)
σ_{n}	Nennspannung / technische Spannung
τ_{krit}	kritische Schubspannung
φ	logarithmische/wahre Dehnung
$\dot{\varphi}$	logarithmische/wahre Dehngeschwindigkeit